

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number :  
2000-286114

(43)Date of publication of application :  
13.10.2000

(51)Int.Cl.  
H01F 1/053  
  
B22F 3/00  
  
C22C 38/00  
  
H01F 1/06  
  
H01F 1/08

(21)Application number :  
11-236919

(71)Applicant :  
SEIKO EPSON CORP  
(22)Date of filing :  
24.08.1999

(72)Inventor :  
ARAI SEI

(30)Priority  
Priority number :  
11018676  
Priority date :  
27.01.1999  
Priority country :  
JP

(54) THIN BELT-LIKE MAGNET MATERIAL, MAGNET POWER, AND RARE- EARTH BONDED MAGNET  
(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a highly reliable bonded magnet having superior magnetic characteristics.

SOLUTION: A thin belt-like magnet material is composed of a quenched thin belt 8 obtained by quenching a molten alloy 6, having a composition expressed by the formula  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z-w}BzAlw$  (where R, x, and y respectively represents at least one kind of rare-earth element, 8.1-9.4 at.%, and 0-0.30 and z and w respectively represents 4.6-6.8 at.% and 0.8 at.% or smaller) by bringing the molten alloy 6 injected from a nozzle into collision with the peripheral surface 53 of a cooling roller 5, while the roll 5 is rotated against the nozzle. The thin belt 8 has a texture in which a soft magnetic phase and a hard magnetic phase exist adjacent to each other, and the ratio of the occupying area of dimples 85 formed at the time of solidification to a roll surface 81 which comes into contact with the roll 5 is adjusted to 25% or lower. On the roll surface 81, in addition, the ratio of the occupying area of dimples having areas of 2,000  $\mu m^2$  or larger to the whole area of the surface 81 is adjusted to 8% or smaller.

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

# CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1]Rx(Fe1-yCoy) 100-x-zBz. however, R -- at least one sort of rare earth elements, and x:8.1-9.4atom%. A molten metal of alloy composition expressed with y:0 to 0.30 and z:4.6-6.8 atom % is ejected from a nozzle, It is the thin band-like magnet material produced by making it collide and carrying out cooling solidification to a peripheral surface of a cooling roller revolving to said nozzle, A thin strip magnet material, wherein an area rate which a dimple which the composition organization is an organization which a soft magnetic phase and a hard magnetic phase adjoin each other, and exists, and was formed in a contact surface with said cooling roller at the time of coagulation occupies is 25% or less.

[Claim 2]Rx(Fe1-yCoy) 100-x-zBz. however, R -- at least one sort of rare earth elements, and x:8.1-9.4atom%. A molten metal of alloy composition expressed with y:0 to 0.30 and z:4.6-6.8 atom % is ejected from a nozzle, It is the thin band-like magnet material produced by making it collide and carrying out cooling solidification to a peripheral surface of a cooling roller revolving to said nozzle, A thin strip magnet material, wherein an area rate which a dimple more than 2000-micrometer<sup>2</sup> occupies [ area which the composition organization is an organization which a soft magnetic phase and a hard magnetic phase adjoin each other, and exists, and was formed in a contact surface with said cooling roller at the time of coagulation ] is 8% or less.

[Claim 3]Rx(Fe1-yCoy) 100-x-zBz. however, R -- at least one sort of rare earth elements, and x:8.1-9.4atom%. A molten metal of alloy composition expressed with y:0 to 0.30 and z:4.6-6.8 atom % is ejected from a nozzle, It is the thin band-like magnet material produced by making it collide and carrying out cooling solidification to a peripheral surface of a cooling roller revolving to said nozzle, In [ the composition organization is an organization which a soft magnetic phase and a hard magnetic phase adjoin each other, and exists, and ] a contact surface with said cooling roller, a time of setting to d an average depth of a dimple formed at the time of coagulation, and setting average thickness of a thin band-like magnet material to t -- these ratios -- a thin strip magnet material, wherein d/t is 0.02-0.5.

[Claim 4]Rx(Fe1-yCoy) 100-x-z-wBzaluminumw. however, R -- at least one sort of rare earth elements, and x:8.1-9.4atom%. y:0 to 0.30, z:4.6-6.8atom%, and below w:0.8 atom %. A molten metal of alloy composition expressed with (however, excluding 0) is ejected from a nozzle, It is the thin band-like magnet material produced by making it collide and carrying out cooling solidification to a peripheral surface of a cooling roller revolving to said nozzle, A thin strip magnet material, wherein an area rate which a dimple which the composition organization is an organization which a soft magnetic phase and a hard magnetic phase adjoin each other, and exists, and was formed in a contact surface with said cooling roller at the time of coagulation occupies is 25% or less.

[Claim 5]Rx(Fe1-yCoy) 100-x-z-wBzaluminumw. however, R -- at least one sort of rare earth elements, and x:8.1-9.4atom%. y:0 to 0.30, z:4.6-6.8atom%, and below w:0.8 atom %. A molten metal of alloy composition expressed with (however, excluding 0) is ejected from a nozzle, It is the thin band-like magnet material produced by making it collide and carrying out cooling solidification to a peripheral surface of a cooling roller revolving to said nozzle, A thin strip magnet material, wherein an area rate which a dimple more than 2000-micrometer<sup>2</sup> occupies [ area which the composition organization is an organization which a soft magnetic phase and a hard magnetic phase adjoin each other, and exists, and was formed in a contact surface with said cooling roller at the time of coagulation ] is 8% or less.

[Claim 6]Rx(Fe1-yCoy) 100-x-z-wBzaluminumw. however, R -- at least one sort of rare earth elements, and x:8.1-9.4atom%. y:0 to 0.30, z:4.6-6.8atom%, and below w:0.8 atom %. A molten metal of alloy composition expressed with (however, excluding 0) is ejected from a nozzle, It is the thin band-like magnet material produced by making it collide and carrying out cooling solidification to a peripheral surface of a cooling roller revolving to said nozzle, In [ the composition organization is an organization which a soft magnetic phase and a hard magnetic phase adjoin each

other, and exists, and ] a contact surface with said cooling roller, a time of setting to d an average depth of a dimple formed at the time of coagulation, and setting average thickness of a thin band-like magnet material to t -- these ratios -- a thin strip magnet material, wherein d/t is 0.02-0.5.

[Claim 7]The thin strip magnet material according to any one of claims 1 to 6 which is a nano composite organization where a soft magnetic phase and a hard magnetic phase adjoin each other, and said composition organization exists.

[Claim 8]The thin strip magnet material according to any one of claims 1 to 7 which is a rare earth element with which said R is mainly concerned with Nd and/or Pr.

[Claim 9]The thin strip magnet material according to any one of claims 1 to 8 in which the percentage of said R is 5 to 75% to said whole R including Pr.

[Claim 10]The thin strip magnet material according to any one of claims 1 to 9 in which the percentage of said R is 10% or less to said whole R including Dy.

[Claim 11]The thin strip magnet material according to any one of claims 1 to 10 in which said cooling roller has a surface layer with lower thermal conductivity in the peripheral surface.

[Claim 12]Magnet powder produced by grinding the thin strip magnet material according to any one of claims 1 to 11.

[Claim 13]The magnet powder according to claim 12 in which heat treatment is performed once [ at least ] the manufacturing process or after manufacture to magnet powder.

[Claim 14]The magnet powder according to claim 12 or 13 whose mean particle diameter is 0.5-150 micrometers.

[Claim 15]A rare earth bonded magnet which combines the magnet powder according to any one of claims 12 to 14 with bonding resin, and is characterized by things.

[Claim 16]The rare earth bonded magnet according to claim 15 whose content of said magnet powder is 75 - 99.5wt%.

[Claim 17]The rare earth bonded magnet according to claim 15 or 16 whose coercive force iHc is 0.4 - 0.75 MA/m.

[Claim 18]A magnetic energy product (BH) The rare earth bonded magnet according to any one of claims 15 to 17 whose max is more than 60 kJ/m<sup>3</sup>.

[Claim 19]The rare earth bonded magnet according to any one of claims 15 to 18 with which multi-electrode magnetization is presented or by which multi-electrode magnetization was carried out.

[Claim 20]The rare earth bonded magnet according to any one of claims 15 to 19 used for a motor.

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

#### DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]This invention relates to a thin strip magnet material, magnet powder, and a rare earth bonded magnet.

[0002]

[Description of the Prior Art]The bond magnet which combines magnet powder with bonding resin has the advantage that the flexibility of shape is large, and is used for a motor or various actuators.

[0003]The rare earth permanent magnet containing a rare earth element is used as what has high magnetic performance as a magnet material which constitutes such a bond magnet. This rare earth magnet material is manufactured by the quenching method which used the quenching thin band manufacturing installation, for example.

[0004]That is, by heating and fusing the magnet material of predetermined alloy composition, ejecting the molten metal from a nozzle, making it collide with the peripheral surface of a cooling roller revolving to a nozzle, and making this peripheral surface contact, it quenches and solidifies and forms continuously, thin band-like (ribbon base) a magnet material, i.e., a quenching thin band. And this quenching thin band is ground, it is considered as magnet powder, and a bond magnet is manufactured from this magnet powder.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]In the conventional magnet material manufactured by the quenching method mentioned above, there is a problem that magnetic properties sufficient by a certain cause are not acquired. As the cause, it is possible with a relation with manufacturing conditions that alloy composition is unsuitable, that the revolving speed of a cooling roller is unsuitable (refer to JP,59-52528,A), etc., for example.

[0006]When magnet powder is mixed with bonding resin and a bond magnet is fabricated, there is also a problem that the corrosion resistance of a bond magnet and a mechanical strength inferior [ with bonding resin ] and obtained as a result are low, and reliability is inferior.

[0007]Therefore, the purpose of this invention is excellent in magnetic properties, and there is in providing the thin strip magnet material, the magnet powder, and the rare earth bonded magnet which can provide the magnet which has good reliability.

[0008]

[Means for Solving the Problem]Such a purpose is attained by this invention of following the (1) - (20).

[0009](1)  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z}Bz_z$ . however, R -- at least one sort of rare earth elements, and  $x:8.1-9.4\text{atom}\%$ . A molten metal of alloy composition expressed with  $y:0$  to  $0.30$  and  $z:4.6-6.8\text{atom}\%$  is ejected from a nozzle, It is the thin band-like magnet material produced by making it collide and carrying out cooling solidification to a peripheral surface of a cooling roller revolving to said nozzle, A thin strip magnet material, wherein an area rate which a dimple which the composition organization is an organization which a soft magnetic phase and a hard magnetic phase adjoin each other, and exists, and was formed in a contact surface with said cooling roller at the time of coagulation occupies is  $25\%$  or less.

[0010](2)  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z}Bz_z$ . however, R -- at least one sort of rare earth elements, and  $x:8.1-9.4\text{atom}\%$ . A molten metal of alloy composition expressed with  $y:0$  to  $0.30$  and  $z:4.6-6.8\text{atom}\%$  is ejected from a nozzle, It is the thin band-like magnet material produced by making it collide and carrying out cooling solidification to a peripheral surface of a cooling roller revolving to said nozzle, A thin strip magnet material, wherein an area rate which a dimple more than  $2000\text{-micrometer}^2$  occupies [ area which the composition organization is an organization which a soft magnetic phase and a hard magnetic phase adjoin each other, and exists, and was formed in a contact surface with said cooling roller at the time of coagulation ] is  $8\%$  or less.

[0011](3)  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z}Bz_z$ . however, R -- at least one sort of rare earth elements, and  $x:8.1-9.4\text{atom}\%$ . A molten metal of alloy composition expressed with  $y:0$  to  $0.30$  and  $z:4.6-6.8\text{atom}\%$  is ejected from a nozzle, It is the thin band-like magnet material produced by making it collide and carrying out cooling solidification to a peripheral surface of a cooling roller revolving to said nozzle, In [ the composition organization is an organization which a soft magnetic phase and a hard magnetic phase adjoin each other, and exists, and ] a contact surface with said cooling roller, a time of setting to d an average depth of a dimple formed at the time of coagulation, and setting average thickness of a thin band-like magnet material to t -- these ratios -- a thin strip magnet material, wherein  $d/t$  is  $0.02-0.5$ .

[0012](4)  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z}WBz_z\text{aluminumw}$ . however, R -- at least one sort of rare earth elements, and  $x:8.1-9.4\text{atom}\%$ .  $y:0$  to  $0.30$ ,  $z:4.6-6.8\text{atom}\%$ , and below  $w:0.8\text{atom}\%$ . A molten metal of alloy composition expressed with (however, excluding 0) is ejected from a nozzle, It is the thin band-like magnet material produced by making it collide and carrying out cooling solidification to a peripheral surface of a cooling roller revolving to said nozzle, A thin strip magnet material, wherein an area rate which a dimple which the composition organization is an organization which a soft magnetic phase and a hard magnetic phase adjoin each other, and exists, and was formed in a contact surface with said cooling roller at the time of coagulation

occupies is 25% or less.

[0013](5) Rx(Fe1-yCoy) 100-x-z-wBz aluminumw. however, R -- at least one sort of rare earth elements, and x:8.1-9.4atom%. y:0 to 0.30, z:4.6-6.8atom%, and below w:0.8 atom %. A molten metal of alloy composition expressed with (however, excluding 0) is ejected from a nozzle, It is the thin band-like magnet material produced by making it collide and carrying out cooling solidification to a peripheral surface of a cooling roller revolving to said nozzle, A thin strip magnet material, wherein an area rate which a dimple more than 2000-micrometer<sup>2</sup> occupies [ area which the composition organization is an organization which a soft magnetic phase and a hard magnetic phase adjoin each other, and exists, and was formed in a contact surface with said cooling roller at the time of coagulation ] is 8% or less.

[0014](6) Rx(Fe1-yCoy) 100-x-z-wBz aluminumw. however, R -- at least one sort of rare earth elements, and x:8.1-9.4atom%. y:0 to 0.30, z:4.6-6.8atom%, and below w:0.8 atom %. A molten metal of alloy composition expressed with (however, excluding 0) is ejected from a nozzle, It is the thin band-like magnet material produced by making it collide and carrying out cooling solidification to a peripheral surface of a cooling roller revolving to said nozzle, In [ the composition organization is an organization which a soft magnetic phase and a hard magnetic phase adjoin each other, and exists, and ] a contact surface with said cooling roller, a time of setting to d an average depth of a dimple formed at the time of coagulation, and setting average thickness of a thin band-like magnet material to t -- these ratios -- a thin strip magnet material, wherein d/t is 0.02-0.5.

[0015](7) A thin strip magnet material the above (1) which is a nano composite organization which a soft magnetic phase and a hard magnetic phase adjoin each other in said composition organization, and exists thru/or given in either of (6).

[0016](8) A thin strip magnet material the above (1) which is a rare earth element with which said R is mainly concerned with Nd and/or Pr thru/or given in either of (7).

[0017](9) The above (1) in which the percentage of said R is 5 to 75% to said whole R including Pr thru/or a thin strip magnet material given in either of (8).

[0018](10) The above (1) in which the percentage of said R is 10% or less to said whole R including Dy thru/or a thin strip magnet material given in either of (9).

[0019](11) A thin strip magnet material the above (1) for which said cooling roller has a surface layer with lower thermal conductivity in the peripheral surface thru/or given in either of (10).

[0020](12) Magnet powder produced by grinding a thin strip magnet material of a statement by the above (1) thru/or either of (11).

[0021](13) Magnet powder given in the above (12) to which heat treatment is performed once [ at least ] the manufacturing process or after manufacture to magnet powder.

[0022](14) Magnet powder the above (12) whose mean particle diameter is 0.5-150 micrometers, or given in (13).

[0023](15) A rare earth bonded magnet which combines magnet powder of a statement with the above (12) thru/or either of (14) with bonding resin, and is characterized by things.

[0024](16) A rare earth bonded magnet given in the above (15) whose content of said magnet powder is 75 - 99.5wt%.

[0025](17) A rare earth bonded magnet the above (15) whose coercive force iHc is 0.4 - 0.75 MA/m, or given in (16).

[0026](18) Magnetic energy product (BH) Rare earth bonded magnet the above (15) whose max is more than 60 kJ/m<sup>3</sup> thru/or given in either of (17).

[0027](19) A rare earth bonded magnet the above (15) with which multi-electrode magnetization is presented or by which multi-electrode magnetization was carried out thru/or given in either of (18).

[0028](20) A rare earth bonded magnet the above (15) used for a motor thru/or given in either of (19).

[0029]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, the embodiment of the thin strip magnet material of this invention, magnet powder, and the rare earth bonded magnet using this is described in detail.

[0030][Alloy composition] The thin strip magnet material and magnet powder of this invention consist of the 1st following alloy composition or 2nd alloy composition.

[0031]- 1st alloy composition Rx(Fe1-yCoy) 100-x-zBz (however -- R -- at least one

sort of rare earth elements, x:8.1-9.4atom%, y:0 to 0.30, and z:4.6-6.8atom%)  
 - 2nd alloy composition Rx(Fe1-yCoy) 100-x-z-wBzaluminumw. (however -- R -- at least one sort of rare earth elements, x:8.1-9.4atom%, y:0 to 0.30, z:4.6-6.8atom%, and below w:0.8 atom % (however, except for 0))

as R (rare earth element), Y, La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, and a misch metal are mentioned -- these -- one sort -- or two or more sorts can be included.

[0032]Content (content) of R is made into 8.1-9.4 atom %. Even if coercive force sufficient by less than 8.1 atom % is not acquired but R adds aluminum in the 2nd alloy composition especially, there is little improvement in coercive force. On the other hand, since the potential of magnetization will fall if R exceeds 9.4 atom %, sufficient magnetic flux density is no longer obtained.

[0033]Here, as for R, it is preferred that it is a rare earth element which is mainly concerned with Nd and/or Pr. This is because these rare earth elements are effective in order to raise the saturation magnetization of the hard magnetic phase which constitutes a nano composite organization and to realize coercive force good as a magnet.

[0034]As for R, it is preferred that the percentage is 5 to 75% to the whole R including Pr, and it is more preferred that it is 20 to 60%. It is because the square shape nature in coercive force and a B-H loop can be raised, without producing most falls of a residual magnetic flux density as it is this range.

[0035]As for R, it is preferred that the percentage is 10% or less to the whole R including Dy. Coercive force can be raised, without producing the remarkable fall of a residual magnetic flux density as it is this range, and it is because improvement in temperature characteristics is also attained.

[0036]Co is a transition metal which has the same characteristic as Fe. Although Curie temperature becomes high and temperature characteristics improve by adding this Co (replace a part of Fe), when the substitution ratio of Co to Fe exceeds 0.30, both coercive force and magnetic flux density show the tendency to fall. Since not only the improvement in temperature characteristics but the magnetic flux density itself improves in 0.05-0.20, the substitution ratio of Co to Fe is still more preferred.

[0037]B (boron) is an element important for acquiring high magnetic properties, and the content is made into 4.6-6.8 atom %. Square shape nature [ in / that B is less than 4.6% / a B-H loop ] worsens. On the other hand, if B exceeds 6.8%, a nonmagnetic phase will increase and magnetic flux density will decrease.

[0038]aluminum is an element advantageous to the improvement in coercive force, and content in the range below 0.8 atom % is permitted. In particular, the effect of the improvement in coercive force shows up notably in the range of 0.02-0.8 atom %. In this range, it follows in footsteps of improvement in coercive force, and square shape nature and a magnetic energy product also improve. Content of aluminum contributes also to heat-resistant and corrosion-resistant improvement. However, as mentioned above, such an effect by aluminum addition has R small at less than 8.1 atom %. The fall of magnetization will become remarkable if aluminum exceeds 0.8 atom %.

[0039]Thus, in this invention, the feature is found out for aluminum to carry out [ a minute amount or ] ultralow volume content, it is an opposite effect rather to add the quantity exceeding 0.8 atom %, and this invention is not just going to mean.

[0040]In order to raise magnetic properties, in the alloy which constitutes a magnet material, other elements, such as Cu, Ga, Si, Ti, V, Ta, Zr, Nb, Mo, Hf, Ag, Zn, P, and germanium, can also be contained if needed.

[0041][Nano composite organization] The magnet powder produced by grinding the thin strip magnet material of this invention and this constitutes the organization (especially nano composite organization) where a hard magnetic phase and a soft magnetic phase adjoin each other and exist with a minute space.

[0042]The nano composite organization exists by the pattern (model) as the soft magnetic phase 10 and the hard magnetic phase 11 show to drawing 1, drawing 2, or drawing 3, for example, and the thickness and the particle diameter of each phase exist on the nano meter level (for example, 1-100 nm). And the soft magnetic phase 10 and the hard magnetic phase 11 adjoin each other, and a magnetic exchange interaction is produced. The pattern shown in drawing 1 - drawing 3 is an example, it is not restricted to these and the soft magnetic phase 10 and the hard magnetic phase 11 may be reverse in the pattern shown, for example in drawing 2.

[0043]since magnetization of a soft magnetic phase changes the direction easily by operation of an external magnetic field, if it is intermingled in a hard magnetic phase -- a system -- the whole magnetization curve turns into a "snake die-bending line" which has a stage with the second quadrant of a B-H figure. however -- when the size of a soft magnetic phase is as small as several 10 nm or less enough, magnetization of a soft magnetic body is restrained strongly enough by combination with magnetization of the surrounding hard magnetic body -- a system -- the whole comes to act as a hard magnetic body.

[0044]The magnet with such a nano composite organization mainly has the next features 1-6.

[0045]1) With the second quadrant of a B-H figure, magnetization carries out springback reversibly (it is also called a "spring magnet" in this meaning).

[0046]2) Even if recoil permeability is high and once adds a reverse magnetic field, a subsequent demagnetizing factor is small.

[0047]3) Magnetization nature is good and can magnetize in a comparatively low magnetic field.

[0048]4) Compared with the case (for example, MQP-B powder made from the conventional MQI) where the temperature dependence of magnetic properties is hard magnetic phase independent, it is small.

[0049]5) Aging of magnetic properties is small.

[0050]6) Even if it pulverizes, magnetic properties do not deteriorate.

[0051]In the alloy composition mentioned above, a hard magnetic phase and a soft magnetic phase serve as the following, for example.

[0052]Hard magnetic phase : An R2TM14B system (however, TM Fe, or Fe and Co), Or an R2TM14BA1 system soft magnetic phase : TM (especially alpha-Fe, alpha- (Fe, Co)), Or the thin strip magnet material (called a quenching thin band or a ribbon) of alloy [manufacture of thin strip magnet material] this invention of TM and aluminum is manufactured by quenching a melting alloy and solidifying. Hereafter, an example of the method is explained.

[0053]The perspective view showing the example of composition of the device (quenching thin band manufacturing installation) which manufactures a thin strip magnet material with the quenching method with which the single roll was used for drawing 4, and drawing 5 are the section side views showing the state near the collision part to the cooling roller of the molten metal in the device shown in drawing 4.

[0054]As shown in drawing 4, the quenching thin band manufacturing installation 1 is provided with the following.

The barrel 2 which can store a magnet material.

The cooling roller 5 which rotates in the direction of figure Nakaya seal 9A to this barrel 2.

The nozzle (orifice) 3 which ejects the molten metal of a magnet material (alloy) is formed in the lower end of the barrel 2.

[0055]As a component of the barrel 2, heat-resistant ceramics, such as quartz, alumina, magnesia, are mentioned, for example.

[0056]As aperture shape of the nozzle 3, circular, an ellipse form, slit shape, etc. are mentioned, for example.

[0057]On an about three nozzle [of the barrel 2] periphery, the coil 4 for heating is arranged, the inside of the barrel 2 is heated by impressing high frequency to this coil 4 (induction heating), and the magnet material in the barrel 2 is made into a molten state.

[0058]A carbon heater can also be used for a heating method in addition to such a coil 4, for example.

[0059]The cooling roller 5 comprises the base 51 and the surface layer 52 which forms the peripheral surface 53 of the cooling roller 5.

[0060]The component of the base 51 may comprise construction material which may really comprise same construction material as the surface layer 52, and is different in the surface layer 52.

[0061]Although the component in particular of the base 51 is not limited, it is preferred to comprise a metallic material with high thermal conductivity like copper or a copper system alloy so that the heat of the surface layer 52 can be radiated more quickly.

[0062]The surface layer 52 has thermal conductivity equivalent to the base 51, or it is preferred to comprise a material lower than the base 51.

[0063]As a concrete material of the surface layer 52, for example Copper or a copper system alloy, an iron system alloy, Various ceramics (nonmetal material) containing chromium, molybdenum, or these, such as an alloy, oxide stock (for example, alumina, silicon oxide, titanium oxide), a nitride system (for example, nitriding aluminum, titanium nitride, boron nitride), and a carbide system (for example, graphite, SC, WC), are mentioned. The enveloping layer by various metal plating and the various aforementioned ceramics (nonmetal material), such as hard chromium plating, can also be formed in the peripheral surface 53 of the cooling roller 5. Thereby, heat transfer nature is improved, and the difference of the cooling rate in the roll side 81 and the free side 82 of the quenching thin band 8 becomes smaller, and contributes to the further improvement in magnetic properties.

[0064]The surface roughness of the peripheral surface 53 is connected with the wettability to the molten metal 6. the quenching thin band 8 with which arithmetical-mean-deviation-of-profile Ra (unit: micrometer) of the peripheral surface 53 is obtained -- average thickness -- it is preferred to use  $1/3$  or less [ of t ], and it is more preferred to use  $1/5$  or less. In such a range, it is because the optimal wettability to the molten metal 6 of the alloy composition mentioned above is secured.

[0065]In order to obtain such surface roughness, in advance of manufacture of the quenching thin band 8, it can grind to the peripheral surface 53 and smooth finishing can also be carried out.

[0066]Such a quenching thin band manufacturing installation 1 is installed in a chamber (not shown), and operates in the state where it filled up with inactive gas or other controlled atmospheres preferably in this chamber. As for a controlled atmosphere, in order to prevent oxidation of the quenching thin band 8 especially, it is preferred that it is inactive gas, such as argon gas, gaseous helium, and nitrogen gas, for example.

[0067]The predetermined pressure higher than the internal pressure of a chamber is put on the oil level of the molten metal 6 in the barrel 2. The differential pressure of the pressure which acts on the oil level of the molten metal 6 in this barrel 2, and the pressure of the controlled atmosphere in a chamber spouts the molten metal 6 from the nozzle 3.

[0068]If the magnet material of the alloy composition mentioned above in the barrel 2 is paid in the quenching thin band manufacturing installation 1, and it heats with the coil 4, it fuses and the molten metal 6 is ejected from the nozzle 3 (regurgitation), as shown in drawing 5, After the molten metal's 6 colliding with the peripheral surface 53 of the cooling roller 5 and forming the paddle (cold slug well) 7, it is cooled quickly, and solidifies, being dragged by the peripheral surface 53 of the rotating cooling roller 5, and the quenching thin band 8 is formed continuously or intermittently. Thus, soon, the roll side (field in contact with the peripheral surface 53) 81 separates from the peripheral surface 53, and the formed quenching thin band 8 runs in the direction of arrow 9B in drawing 4. A dotted line shows the solidification interface 71 of a molten metal among drawing 5.

[0069]Although the peripheral velocity of the cooling roller 5 differs in the suitable range by the wettability to the presentation of a molten metal, and the molten metal 6 of the peripheral surface 53, etc., it is usually preferred that it is 1-60 m/second because of the improvement in magnetic properties, and it is more preferred that it is 5-40 m/second. When the peripheral velocity of the cooling roller 5 is too slow, depending on the volumetric flow rate (volume of the molten metal breathed out per unit time) of the quenching thin band 8. Thickness t of the quenching thin band 8 becomes thick, and the tendency for a crystal grain diameter to increase is shown, and even if it adds heat treatment after that in any case, it becomes impossible for most to serve as an amorphous organization, and to desire improvement in magnetic properties, if the peripheral velocity of the cooling roller 5 is too quick conversely.

[0070]To the obtained quenching thin band 8, it can also heat-treat, for example for promotion of the recrystallization of an amorphous organization, and uniformity of an organization. As conditions for this heat treatment, it is 400-900 °C and is about 0.5 to 300 minutes, for example.

[0071]As for this heat treatment, in order to prevent oxidation, it is preferred to carry out in a non-oxidizing atmosphere like [ under a vacuum or a reduced pressure state (for example,  $1 \times 10^{-1}$  -  $1 \times 10^{-6}$  Torr) or in inactive gas, such as nitrogen gas, argon gas, and gaseous helium, ].



[0072]The quenching thin band (thin strip magnet material) 8 produced by making it above serves as fine crystal structure or the organization that a fine crystal is contained in amorphous structure, and outstanding magnetic properties are acquired.

[0073]Above, although the single rolling method was explained to the example as a quenching method, the congruence rolling method may be adopted. Since such a quenching method can carry out minuteness making of the metal texture (crystal grain), it is effective in raising the magnetic characteristics of a bond magnet, especially coercive force, etc.

[0074][Dimple of the roll side of a quenching thin band] In the quenching thin band 8 manufactured with a quenching method which was mentioned above, If the roll side 81 of the quenching thin band 8 is observed with a scanning electron microscope (SEM) etc., the portion (in this specification, it is called a "dimple") cratered in the shape of a dimple in some places will be observed. this dimple -- size -- some are various.

[0075]It is thought that a controlled atmosphere enters between the peripheral surface 53 and the paddle 7, and it is because a trap is carried out when the cause which such a dimple 85 produces injects and carries out the rapid solidification of the molten metal 6 to the peripheral surface 53 of the cooling roller 5. It is thought that the contamination of such a controlled atmosphere is produced by the viscous flow 100 of the about 53-peripheral surface controlled atmosphere emitted mainly with rotation of the cooling roller 5 (refer to drawing 5).

[0076]If the quenching thin band 8 is fractured and the fracture surface is observed by SEM, to the crystal grain diameter of the usual portion being several 10 nm order, the main phase crystal grain diameter of the portion which adjoined the dimple 85 will be comparatively large, and existence of the big and rough crystal grain of a 1-micrometer order will be checked by a place. The tendency of big-and-rough-izing of a crystal grain is seen for the portion which adjoined the dimple with a large area especially. This suggests the following.

[0077]As mentioned above, it is thought that the dimple 85 is produced when a controlled atmosphere invades between the peripheral surface 53 and the paddle 7, but with the air bubbles of such a controlled atmosphere, heat transfer of the roll side 81 and the peripheral surface 53 is barred, and quenching is checked selectively. Therefore, a crystal grain makes the organization of the dimple 85 neighborhood big and rough. It becomes remarkable, so that the dimple 85 is large. Big and rough-ization of the crystal grain found out maintaining high magnetic properties in this invention by lessening the dimple 85 leading to big-and-rough-izing of a crystal grain as much as possible in order to reduce magnetic properties. Hereafter, it explains in full detail further.

[0078]Area of the photograph which observed the roll side 81 of the quenching thin band 8 by SEM to this dimple 85 (area when the dimple 85 is projected on the two-dimensional flat surface which makes the depth direction of the dimple 85 a normal.) Hereafter, when you call it the area of a dimple, suppose that it is the same. The sum total measured the area rate occupied to the area of the roll side 81 whole by image processing. In the example of this invention shown below, the area rate was first computed by having recognized the dimple 85 using the difference of the contrast of an image, and having converted the area into the pixel number about ten or more observation photographs taken by SEM for about several 10-time magnification. And by averaging the area rate about each obtained photograph, it was considered as the value of the area rate of the quenching thin band 8.

[0079]Thus, correlation of the area rate of the dimple 85 obtained and the magnetic properties of a quenching thin band was investigated in detail. as a result -- in the quenching thin band with which the area rate of the dimple 85 exceeds 25% -- both coercive force square shape nature and a residual magnetic flux density -- although -- it becomes low. Therefore, even if it has the alloy composition and the organization (nano composite organization) which can acquire high magnetic properties which were mentioned above, the feature cannot fully be employed efficiently. And as for the magnetic properties of the bond magnet manufactured from the magnet powder manufactured from it, and this magnet powder, it will be reflected if a quenching thin band has such the characteristic. Therefore, in this invention, the area rate which the dimple 85 (the following huge dimple is also included) occupies is made into 25% or less in the roll side 81.

[0080]Although the area rate which the dimple 85 occupies is so good that it is low, when this area rate is less than 3%, adhesion with the peripheral surface 53 of the

quenching thin band 8 may become high, the detachability from the peripheral surface 53 may fall, and the yield (yield) of the quenching thin band 8 may fall. Therefore, as for the area rate which the dimple 85 occupies, it is more preferred to consider it as about 3 to 25%, and it is still more preferred to consider it as about 3 to 20%.

[0081]When its attention is paid to the area of each of the dimples 85 which exist in the roll side 81, it is preferred that the area rate which the big dimple (it is called the following "huge dimple") in which area exceeds 2000-micrometer<sup>2</sup> occupies is 8% or less, and it is more preferred that it is 5% or less.

[0082]If many huge dimples exist, the magnetic properties of quenching thin band 8 the very thing not only fall, but it will have an adverse effect on the reliability at the time of considering it as a bond magnet. That is, a mechanical strength when it is considered as a bond magnet, and corrosion resistance fall. The magnet powder in which this was obtained from the portion near the huge dimple is inferior in adhesion (wettability) with bonding resin, and the bond magnet which therefore contains such magnet powder is considered for the associative strength of magnet powder to decline as the whole bond magnet.

[0083]The depth of the dimple 85 also found out affecting the magnetic properties of the quenching thin band 8 greatly. the time of setting the average depth of the dimple 85 (a huge dimple is also included) to d, and setting average thickness of the quenching thin band 8 to t in this invention, -- these ratios -- it is preferred that d/t is 0.02-0.5, and it is more preferred that it is 0.05-0.4.

[0084]The depth of the dimple 85 can be measured, for example using a laser displacement gage, a micrometer, an electrostatic capacitance displacement meter, etc. Using the laser displacement gage, to the quenching thin band of one lot, the difference of the edge of each dimple and the distance of the deepest place was made into the depth, the average value was taken, and it was referred to as average depth d about the 20 or more independent dimples 85 in the example of this invention shown below. Average thickness t of the quenching thin band computed volume from the density measured by the weight and the Archimedes method of the quenching thin band, and computed it by  $\frac{V}{A}$  (ing) this by the width w (average value of the value measured ten or more points with the microscope etc.) and length of a quenching thin band.

[0085]If d/t exceeds 0.5, when the tendency for the magnetic properties of a quenching thin band to fall will be shown and the area rate of the dimple 85 and the area rate of a huge dimple will exceed the aforementioned upper limit especially, the fall of the magnetic properties of a quenching thin band becomes remarkable. It is difficult for the bond magnet manufactured from this quenching thin band to reduce a void content, and since densification becomes difficult, it cannot expect improvement in the magnetic properties by it. Since adhesion (wettability) with bonding resin falls, when the area rate of the dimple 85 and the area rate of a huge dimple are comparatively large, the mechanical strength of a bond magnet and corrosion resistance fall [ the magnet powder obtained from the dimple portion with the deep depth ].

[0086]When d/t is less than 0.02, and the area rate of said dimple 85 is comparatively small (especially less than 3%), adhesion with the peripheral surface 53 of the quenching thin band 8 may become high, the detachability from the peripheral surface 53 may fall, and the yield (yield) of the quenching thin band 8 may fall.

[0087]The manufacturing conditions for acquiring the roll side 81 of the conditions about the above dimples are explained below.

[0088]As mentioned above, the main causes by which the dimple 85 is formed can consider the contamination of the controlled atmosphere of a between [ the peripheral surface 53 and the roll sides 81 ]. It is thought that the contamination of this controlled atmosphere is produced by the viscous flow 100 of the about 53-peripheral surface controlled atmosphere emitted mainly with rotation of the cooling roller 5.

[0089]As one factor which controls this viscous flow 100, making the pressure of the controlled atmosphere in a chamber as low as possible is mentioned. However, if the pressure of a controlled atmosphere is lowered too much, the various restrictions on a device will arise and the rise of the cost of a device will be caused.

[0090]As other factors which control formation of the dimple 85, adjusting suitably the revolving speed of a cooling roller, the effective area product (area of an orifice) of the nozzle 3, the temperature (viscosity) of a molten metal, the amount

of flush of a molten metal, the presentation of a controlled atmosphere, the temperature of a controlled atmosphere, etc. is mentioned. There is also the method of controlling generating of the viscous flow 100 of a controlled atmosphere by the shape of a cooling roller, the shape of peripheral equipment, arrangement, etc.

[0091]For example, the method written in the specification of Japanese Patent Application No. No. 135801 [ ten to ], Japanese Patent Application No. No. 82262 [ ten to ], Japanese Patent Application No. No. 242353 [ ten to ], and Japanese Patent Application No. No. 217761 [ ten to ] is effective in controlling formation of the dimple 85.

[0092][Manufacture of magnet powder] The magnet powder of this invention is obtained by grinding the quenching thin band 8 manufactured as mentioned above.

[0093]The method in particular of grinding is not limited, for example, can be performed using various grinding apparatus, such as a ball mill, a vibration mill, a jet mill, and a pin mill, and shredding equipment. In this case, grinding can also be performed in a non-oxidizing atmosphere like [ under a vacuum or a reduced pressure state (for example,  $1 \times 10^{-1}$  -  $1 \times 10^{-6}$  Torr) or in inactive gas, such as nitrogen gas, argon gas and gaseous helium, ], in order to prevent oxidation.

[0094]In the case of the thing for manufacturing the rare earth bonded magnet mentioned later, although not limited, especially the mean particle diameter of magnet powder Antioxidizing of magnet powder, In consideration of prevention of magnetic-properties degradation by grinding, about 0.5-150 micrometers is preferred, about 0.5-80 micrometers is more preferred, and about 1-50 micrometers is still more preferred.

[0095]In order to obtain the better moldability at the time of shaping of a rare earth bonded magnet, the particle size distribution of magnet powder has that preferred which is distributed to some extent (there is variation). When the void content of the obtained rare earth bonded magnet can be reduced by this and content of the magnet powder in a bond magnet is made the same as a result, the density and the mechanical strength of a rare earth bonded magnet can be raised more, and magnetic properties can be improved further.

[0096]To the obtained magnet powder, it can also heat-treat for the purpose of removal of the influence of the strain introduced by grinding, and control of a crystal grain diameter, for example. As conditions for this heat treatment, it is 350-850 °C and is about 0.5 to 300 minutes, for example.

[0097]As for this heat treatment, in order to prevent oxidation, it is preferred to carry out in a non-oxidizing atmosphere like [ under a vacuum or a reduced pressure state (for example,  $1 \times 10^{-1}$  -  $1 \times 10^{-6}$  Torr) or in inactive gas, such as nitrogen gas, argon gas, and gaseous helium, ].

[0098]When a rare earth bonded magnet is manufactured using the above magnet powder, such magnet powder has good unity (wettability of bonding resin) with bonding resin, therefore this bond magnet has a high mechanical strength, and it becomes the thing excellent in thermal stability (heat resistance) and corrosion resistance. Therefore, the magnet powder concerned fits manufacture of the bond magnet, and the manufactured bond magnet becomes what has high reliability.

[0099][A bond magnet and its manufacture] Next, the rare earth bonded magnet (only henceforth a "bond magnet") of this invention is explained.

[0100]The bond magnet of this invention combines the above-mentioned magnet powder with bonding resin.

[0101]As bonding resin (binder), any of thermoplastics and thermosetting resin may be sufficient.

[0102]As thermoplastics, for example Polyamide (example: nylon 6, Nylon 46, Nylon 66, Nylon 610, Nylon 612, Nylon 11, Nylon 12, nylon 6-12, nylon 6-66), Liquid crystal polymers, such as thermoplastic polyimide and aromatic polyester, polyphenylene oxide, Polyolefines, such as a polyphenylene sulfide, polyethylene, polypropylene, and an ethylene-vinylacetate copolymer, Denaturation polyolefine, polycarbonate, polymethylmethacrylate, Polyester, such as polyethylene terephthalate and polybutylene terephthalate, A copolymer, a blended body, a polymer alloy, etc. which are mainly concerned with these are mentioned, and polyether, a polyether ether ketone, polyether imide, polyacetal, etc. can mix and use 1 of sorts of these, and two sorts or more.

[0103]Also among these, especially the moldability is excellent, and since the mechanical strength is high, that which is mainly concerned with a liquid crystal polymer and a polyphenylene sulfide from a point of polyamide and the improvement in

heat-resistant is preferred. These thermoplastics is excellent also in kneading nature with magnet powder.

[0104]Such thermoplastics has the advantage that selection wide range like what thought the moldability as important, for example, and the thing which thought heat resistance and a mechanical strength as important is attained by the kind, copolymerization-ization, etc.

[0105]On the other hand as thermosetting resin, for example A bisphenol type, a novolac type, Various epoxy resins, such as a naphthalene system, phenol resin, a urea resin, melamine resin, polyester (unsaturated polyester) resin, polyimide resin, silicone resin, polyurethane resin, etc. are mentioned, and 1 of sorts of these and two sorts or more can be mixed and used.

[0106]From the point of especially the moldability being excellent, and a mechanical strength being high and excelling in heat resistance also among these, an epoxy resin, phenol resin, polyimide resin, and silicone resin are preferred, and especially an epoxy resin is preferred. These thermosetting resin is excellent also in kneading nature with magnet powder, and the homogeneity of kneading.

[0107]The thing of a solid [ thing / liquefied ] (powdered) may be sufficient as the thermosetting resin (unhardened) used at a room temperature.

[0108]Although isotropy or anisotropy may be sufficient as the bond magnet of this invention, it is preferred from the ease of carrying out of manufacture that it is isotropy.

[0109]Such a bond magnet of this invention is manufactured as follows, for example. Magnet powder, bonding resin, and the constituent for bond magnets (compound) that contains additive agents (an antioxidant, lubricant, etc.) if needed are manufactured, It fabricates in desired magnet shape all over a magnetic field or a non-magnetic field using this constituent for bond magnets with forming processes, such as compression molding (press forming), extrusion molding, and injection molding. When bonding resin is thermosetting resin, it is hardened with heating etc. after shaping.

[0110]Although there is an advantage, like extrusion molding and injection molding (especially injection molding) have the large degree of shape option among said three sorts of forming processes, and productivity is high here, Since mobility in which the compound in a making machine is sufficient in these forming processes in order to obtain a good moldability must be secured, compared with compression molding, densification of increasing content of magnet powder, i.e., the bond magnet, cannot be carried out. However, in this invention, since high magnetic flux density is obtained, therefore the magnetic properties which were excellent even if it did not carry out densification of the bond magnet are acquired so that it may mention later, the advantage is enjoyable also to the bond magnet manufactured by extrusion molding and injection molding.

[0111]The content (content) in particular of the magnet powder in a bond magnet is not limited, but is usually determined in consideration of coexistence with a forming process, and a moldability and high magnetic properties. It is specifically preferred that it is about 75-99.5wt%, and it is more preferred that it is about 85-98wt%.

[0112]As for the content of magnet powder, in the case of that by which the bond magnet was especially manufactured with compression molding, it is preferred that it is about 90-99.5wt%, and it is more preferred to it that it is about 93-98.5wt%.

[0113]As for the content of magnet powder, in the case of that by which the bond magnet was manufactured by extrusion molding or injection molding, it is preferred that it is about 75-98wt%, and it is more preferred to it that it is about 85-97wt%.

[0114]The density  $\rho$  of a bond magnet is determined by factors, such as specific gravity of the magnet powder contained in it, content of magnet powder, and a void content. In the bond magnet of this invention, although the density  $\rho$  in particular is not limited, it is preferred that it is more than 5.0 g/cm<sup>3</sup>, and it is more preferred that it is a 5.5 - 6.6 g/cm<sup>3</sup> grade.

[0115]Since the magnetic flux density of magnet powder and coercive force are comparatively large, even when it fabricates to a bond magnet in this invention, and there is comparatively little content not to mention the case where there is much content of magnet powder, by it, outstanding magnetic properties (especially a high magnetic energy product, high coercive force) are acquired.

[0116]As for the bond magnet of this invention, it is preferred that the coercive

force  $iH_c$  is about 0.40-0.75 MA/m, and it is more preferred that they are about 0.43-0.70 MA/m. Demagnetization when a reverse magnetic field requires coercive force depending on the use of a motor in said less than lower limit becomes remarkable, and hot heat resistance is inferior. If coercive force exceeds said upper limit, magnetization nature will fall. Therefore, it is a bond magnet (especially) by making coercive force  $iH_c$  into a mentioned range. Even when carrying out multi-electrode magnetization etc. to a cylindrical magnet and sufficient magnetization magnetic field is not obtained, good magnetization is attained, sufficient magnetic flux density is obtained, and a highly efficient bond magnet, especially the bond magnet for motors can be provided.

[0117]As for the bond magnet of this invention, it is preferred that magnetic energy product (BH) max is more than 60 kJ/m<sup>3</sup>, it is more preferred that it is more than 85 kJ/m<sup>3</sup>, and it is still more preferred that it is 95 - 125 kJ/m<sup>3</sup>. Magnetic energy product (BH) when it uses that max is less than 60 kJ/m<sup>3</sup> for motors, sufficient torque is not acquired depending on the kind and structure.

[0118]The shape of the bond magnet of this invention, a size in particular, etc. are not limited, for example, about shape, For example, the thing of all shape, such as cylindrical shape, a prismatic form, cylindrical shape (ring shape), circular, plate-like, and curve tabular, is possible, and the thing of all sizes is possible also for the size from a large-sized thing to a micro thing.

[0119]

[Example] (Example 1) Alloy composition obtained the quenching thin band of Nd<sub>8.7</sub>Fe<sub>41</sub>Co<sub>8.4</sub>B<sub>5.8</sub> (it is hereafter considered as "the presentation A") by a method which is described below.

[0120]First, after having carried out weighing, having dissolved, casting each raw material of Nd, Fe, Co, and B in the high-frequency-induction fusion furnace in Ar gas and manufacturing a hardener ingot, about 15-g sample was started from this ingot.

[0121]The quenching thin band manufacturing installation of composition of being shown in drawing 4 and drawing 5 was prepared, and said sample was put in in the quartz tube which provided the nozzle (circular-hole orifice: 10 mm in diameter) in the pars basilaris ossis occipitalis. After deaerating the inside of the chamber by which the quenching thin band manufacturing installation 1 is stored, inactive gas (Ar gas) was introduced and it was considered as a desired temperature and the atmosphere of the pressure.

[0122]Then, carrying out high-frequency induction heating of the ingot sample in a quartz tube with the coil 4, dissolving, and adjusting suitably conditions, such as peripheral velocity of a cooling roller, injection pressure (differential pressure of the internal pressure of a quartz tube, and ambient pressure) of a molten metal, and a pressure of a controlled atmosphere, further. The molten metal was turned to the peripheral surface (the product made from a copper-beryllium alloy, hard-chromium-plating processing, surface roughness Ra = 0.5 micrometer) of a cooling roller, and was injected, and the quenching thin band was obtained.

[0123]At this time, the injection pressure of the range of 15-35 m/second and a molten metal changed [ the peripheral velocity of the cooling roller ] the range of 5 - 60kPa, and the pressure of the controlled atmosphere in the range of 100 - 500Torr, and five sorts of samples A1 - A5 (this invention) of the quenching thin band were obtained.

[0124]The peripheral velocity of a cooling roller and the pressure of the controlled atmosphere were set up greatly, and the dimple obtained the sample A6 (comparative example) of the quenching thin band formed superfluously.

[0125]The SEM photograph of the roll side of each samples A1-A6 of a quenching thin band was taken, image analysis of this photograph was conducted, and the area rate which a dimple and a huge dimple (area is a dimple more than 2000-micrometer<sup>2</sup>) occupy was measured, respectively. average depth d of a dimple (a huge dimple is included) and a quenching thin band -- average thickness -- measuring t -- those ratios -- d/t was calculated. These results are shown in the following table 1.

[0126]

[Table 1]

[0127]Next, after carrying out coarse grinding of each samples A1-A6 of a quenching thin band, heat treatment for [ 720 °C ] 5 minutes was performed in Ar gas

atmosphere, and the magnet powder of the presentation A was obtained.

[0128]About the obtained magnet powder, in order to analyze the phase composition, the X diffraction was performed by 20 degrees - 60 degrees of angles of diffraction using Cu-Kalpha. The Nd<sub>2</sub>(Fe-Co) 14B1 phase which is a hard magnetic phase from a diffraction pattern, The diffraction peak of alpha-(Fe, Co) phase which is a soft magnetic phase could be checked, and forming the nano composite organization was checked by each about the sample A1 - A5 from the audit observation by a transmission electron microscope (TEM).

[0129]Magnetic properties (the coercive force iHc and maximum magnetic energy product (BH) max) were measured with the vibrating sample magnetometer (VSM) about each obtained magnet powder. The result is shown following table 2. Demagnetizing field amendment was not performed in measurement.

[0130]

[Table 2]

[0131]Next, for grain refining, the grinder (RAIKAI machine) was used further, and each magnet powder was ground in argon gas, and was used as magnet powder with a mean particle diameter of 20 micrometers.

[0132]This magnet powder, an epoxy resin (bonding resin), and a small amount of hydrazine system antioxidants were mixed and kneaded, and the constituent for bond magnets (compound) was produced. At this time, the rate of a compounding ratio of magnet powder and an epoxy resin (weight ratio) was made into the value almost equal about each sample.

[0133]Subsequently, this compound was ground and it presupposed that it is granular, and weighing of this granular material was carried out, it was filled up in the metallic mold of a press device, compression molding (inside of a non-magnetic field) was carried out by pressure 6 ton/cm<sup>2</sup>, and the Plastic solid was acquired.

[0134]The epoxy resin was stiffened with heating after mold release (cure processing), and the cylindrical isotropic bonded magnet (samples A1-A6) with a 10 mm [ in diameter ] phix height of 8 mm was obtained.

[0135]The magnet powder (hard-magnetic-phase independent Nd-Fe-B system magnet powder: mean particle diameter of 30 micrometers) by the MQP-B powder made from commercial MQI was prepared as a comparative example, and the bond magnet was manufactured by the same conditions as the above, and a method using this magnet powder. Let the bond magnet of this comparative example be the sample A7.

[0136]Each content of the magnet powder in each bond magnet (samples A1-A7) was 98.0wt%. The density of each bond magnet was 6.1 - 6.3 g/cm<sup>3</sup>.

[0137]About these each bond magnet, after carrying out pulse magnetization (maximum impression magnetic field 40kOe) beforehand, magnetic properties (the coercive force iHc and maximum magnetic energy product (BH) max) were measured by maximum impression magnetic field 25kOe with the dc self-recording fluxmeter. The temperature at the time of measurement was 23 \*\* (room temperature). The result is shown in the following table 3.

[0138]A mechanical strength and corrosion resistance were investigated about each bond magnet (samples A1-A7). The result is shown in the following table 3.

[0139]The mechanical strength of the bond magnet was measured by the shearing punching method for having used the punching shearing tester (autograph by Shimadzu Corp.).

[0140]The corrosion resistance of a bond magnet does the homoiothermal constant humidity examination of 60 \*\* x 95%RHx 500 hours to each bond magnet, The existence of generating of the rust of the bond magnet surface was distinguished visually, and \*\* seal and generating of rust considered the remarkable thing for that in which O seal and generating of rust are conspicuous in a thing without generating of rust, and O seal and generating of rust are slightly conspicuous in a certain thing as x seal.

[0141]

[Table 3]

[0142]By this invention of the sample A1 - A5, each has outstanding magnetic properties compared with a comparative example (the balance of the coercive force iHc and a maximum magnetic energy product is good), and moreover, the mechanical

strength of a bond magnet is high and it excels in corrosion resistance so that clearly from above-mentioned Table 1 - 3.

[0143]On the other hand, in the comparative example of the sample A6, since the void content in a bond magnet is high and it is low-density, magnetic properties are inferior, a mechanical strength is low, and corrosion resistance is low.

[0144]The sample A7 using the conventional magnet powder has low maximum magnetic energy product (BH) max compared with this invention.

[0145](Example 2) Alloy composition obtained the quenching thin band of Nd<sub>8.9</sub>Fe<sub>61</sub>Co<sub>8</sub>B<sub>5.5</sub>aluminum<sub>0.2</sub> (it is hereafter considered as "the presentation B") by a method which is described below.

[0146]First, after having carried out weighing, having dissolved, casting each raw material of Nd, Fe, Co, B, and aluminum in the high-frequency-induction fusion furnace in Ar gas and manufacturing a hardener ingot, about 15-g sample was started from this ingot.

[0147]The quenching thin band manufacturing installation of composition of being shown in drawing 4 and drawing 5 was prepared, and said sample was put in in the quartz tube which provided the nozzle (circular-hole orifice: 10 mm in diameter) in the pars basilaris ossis occipitalis. After deaerating the inside of the chamber by which the quenching thin band manufacturing installation 1 is stored, inactive gas (Ar gas) was introduced and it was considered as a desired temperature and the atmosphere of the pressure.

[0148]Then, carrying out high-frequency induction heating of the ingot sample in a quartz tube with the coil 4, dissolving, and adjusting suitably conditions, such as peripheral velocity of a cooling roller, injection pressure (differential pressure of the internal pressure of a quartz tube, and ambient pressure) of a molten metal, and a pressure of a controlled atmosphere, further. The molten metal was turned to the peripheral surface (the product made from a copper-chromium alloy, hard-chromium-plating processing, surface roughness Ra = 0.7 micrometer) of a cooling roller, and was injected, and the quenching thin band was obtained.

[0149]At this time, the injection pressure of the range of 15-30 m/second and a molten metal changed [ the peripheral velocity of the cooling roller ] the range of 5 - 60kPa, and the pressure of the controlled atmosphere in the range of 100 - 500Torr, and five sorts of samples B1 - B5 (this invention) of the quenching thin band were obtained.

[0150]The peripheral velocity of a cooling roller and the pressure of the controlled atmosphere were set up greatly, and the dimple obtained sample B6 (comparative example) of the quenching thin band formed superfluously.

[0151]Then, heat treatment for [ 700 \*\*x ] 8 minutes was performed in Ar gas atmosphere to each sample B1 - B6 of a quenching thin band.

[0152]The SEM photograph of each sample B1 of a quenching thin band - the roll side of B6 was taken, image analysis of this photograph was conducted, and the area rate which a dimple and a huge dimple (area is a dimple more than 2000-micrometer<sup>2</sup>) occupy was measured, respectively. average depth d of a dimple (a huge dimple is included) and a quenching thin band -- average thickness -- measuring t -- those ratios -- d/t was calculated. These results are shown in the following table 4.

[0153]

[Table 4]

[0154]Next, after carrying out coarse grinding of each sample B1 - B6 of a quenching thin band, heat treatment for [ 720 \*\*x ] 5 minutes was performed in Ar gas atmosphere, and the magnet powder of the presentation B was obtained.

[0155>About the obtained magnet powder, in order to analyze the phase composition, the X diffraction was performed by 20 degrees - 60 degrees of angles of diffraction using Cu-Kalpha. The Nd<sub>2</sub>(Fe-Co) 14B1 phase which is a hard magnetic phase from a diffraction pattern, The diffraction peak of alpha-(Fe, Co) phase which is a soft magnetic phase could be checked, and forming the nano composite organization was checked by each about the sample B1 - B5 from the audit observation by a transmission electron microscope (TEM).

[0156]Magnetic properties (the coercive force iHc and maximum magnetic energy product (BH) max) were measured with the vibrating sample magnetometer (VSM) about each obtained magnet powder. The result is shown following table 5. Demagnetizing field amendment was not performed in measurement.

[0157]  
[Table 5]

[0158]Next, for grain refining, the grinder (RAIKAI machine) was used further, and each magnet powder was ground in argon gas, and was used as magnet powder with a mean particle diameter of 25 micrometers.

[0159]This magnet powder, an epoxy resin (bonding resin), and a small amount of hydrazine system antioxidants were mixed and kneaded, and the constituent for bond magnets (compound) was produced. At this time, the rate of a compounding ratio of magnet powder and an epoxy resin (weight ratio) was made into the value almost equal about each sample.

[0160]Subsequently, this compound was ground and it presupposed that it is granular, and weighing of this granular material was carried out, it was filled up in the metallic mold of a press device, compression molding (inside of a non-magnetic field) was carried out by pressure 6 ton/cm<sup>2</sup>, and the Plastic solid was acquired.

[0161]The epoxy resin was stiffened with heating after mold release (cure processing), and the cylindrical isotropic bonded magnet (the sample B1 - B6) with a 10 mm [ in diameter ] phix height of 8 mm was obtained. Each content of the magnet powder in each bond magnet was 97.8wt%.

[0162]The density of each bond magnet was 6.1 - 6.2 g/cm<sup>3</sup>.

[0163]About these each bond magnet (the sample B1 - B6), on the same method as said Example 1, and conditions, magnetic properties (the coercive force iH<sub>c</sub> and magnetic energy product (BH) max) were measured, and a mechanical strength and corrosion resistance were investigated. These results are shown in the following table 6.

[0164]  
[Table 6]

[0165]By this invention of the sample B1 - B5, each has outstanding magnetic properties compared with a comparative example (the balance of the coercive force iH<sub>c</sub> and a maximum magnetic energy product is good), and moreover, the mechanical strength of a bond magnet is high and it excels in corrosion resistance so that clearly from above-mentioned Table 4 - 6. Compared with the sample A1 which does not contain aluminum - A5, the coercive force iH<sub>c</sub> of the sample B1 - B5 is improving.

[0166]On the other hand, in the comparative example of sample B6, since the void content in a bond magnet is high and it is low-density, magnetic properties are inferior, a mechanical strength is low, and corrosion resistance is low.

[0167](Example 3) By the same method as Example 2, the quenching thin band of the alloy composition shown in the following table 7 was manufactured, and 11 sorts of samples C1-C11 of the quenching thin band were obtained. Then, heat treatment for [ 700 °C ] 8 minutes was performed in Ar gas atmosphere to each samples C1-C11 of a quenching thin band.

[0168]When manufacturing each quenching thin band, the pressure of 40kPa and a controlled atmosphere was set [ the peripheral velocity of the cooling roller ] to 250Torr for the injection pressure of 20 m/[ a second and ] and a molten metal.

[0169]  
[Table 7]

[0170]The SEM photograph of the roll side of each samples C1-C11 of a quenching thin band was taken, image analysis of this photograph was conducted, and the area rate which a dimple and a huge dimple (area is a dimple more than 2000-micrometer<sup>2</sup>) occupy was measured, respectively. average depth d of a dimple (a huge dimple is included) and a quenching thin band -- average thickness -- measuring t -- those ratios -- d/t was calculated. These results are shown in the following table 8.

[0171]  
[Table 8]

[0172]Next, after carrying out coarse grinding of each samples C1-C11 of a quenching thin band, heat treatment for [ 720 °C ] 5 minutes was performed in Ar gas atmosphere, and the magnet powder of the alloy composition shown in the



above-mentioned table 7 was obtained, respectively.

[0173]About the obtained magnet powder, in order to analyze the phase composition, the X diffraction was performed by 20 degrees - 60 degrees of angles of diffraction using Cu-K $\alpha$ . The Nd<sub>2</sub>(Fe-Co) 14B1 phase which is a hard magnetic phase from a diffraction pattern, The diffraction peak of  $\alpha$ -(Fe, Co) phase which is a soft magnetic phase could be checked, and forming the nano composite organization was checked by each about the samples C1-C11 from the audit observation by a transmission electron microscope (TEM).

[0174]Magnetic properties (the coercive force iH<sub>c</sub> and maximum magnetic energy product (BH) max) were measured with the vibrating sample magnetometer (VSM) about each obtained magnet powder. The result is shown in the following table 9. Demagnetizing field amendment was not performed in measurement.

[0175]

[Table 9]

[0176]Next, for grain refining, the grinder (RAIKAI machine) was used further, and each magnet powder was ground in argon gas, and was used as magnet powder with a mean particle diameter of 25 micrometers.

[0177]This magnet powder, an epoxy resin (bonding resin), and a small amount of hydrazine system antioxidants were mixed and kneaded, and the constituent for bond magnets (compound) was produced. At this time, the rate of a compounding ratio of magnet powder and an epoxy resin (weight ratio) was made into the value almost equal about each sample.

[0178]Subsequently, this compound was ground and it presupposed that it is granular, and weighing of this granular material was carried out, it was filled up in the metallic mold of a press device, compression molding (inside of a non-magnetic field) was carried out by pressure 6 ton/cm<sup>2</sup>, and the Plastic solid was acquired.

[0179]The epoxy resin was stiffened with heating after mold release (cure processing), and the cylindrical isotropic bonded magnet (samples C1-C11) with a 10 mm [ in diameter ] phix height of 8 mm was obtained. Each content of the magnet powder in each bond magnet was 97.7wt%.

[0180]The density of six sorts of obtained bond magnets was 6.0 - 6.2 g/cm<sup>3</sup>.

[0181]About these each bond magnet (samples C1-C11), on the same method as said Example 1, and conditions, magnetic properties (the coercive force iH<sub>c</sub> and maximum magnetic energy product (BH) max) were measured, and a mechanical strength and corrosion resistance were investigated. These results are shown in the following table 10.

[0182]

[Table 10]

[0183]By this invention of C1, C2, C7 - C11, each has outstanding magnetic properties compared with a comparative example, and moreover, the mechanical strength of a bond magnet is high and it excels in corrosion resistance so that clearly from above-mentioned Table 8 - 10.

[0184]In particular, in this invention of the samples C7-C11, since magnet powder contains a proper quantity of Pr and/or D(ies), the further improvement in the coercive force iH<sub>c</sub> is found.

[0185]On the other hand, in the comparative example of the samples C3-C6, magnetic properties are all inferior compared with this invention.

[0186](Example 4) Except having manufactured the bond magnet by extrusion molding, when the bond magnet of this invention was manufactured like the above-mentioned Examples 1-3 and the quality assessment was performed, the same result as the above was obtained.

[0187](Example 5) Except having manufactured the bond magnet by injection molding, when the bond magnet of this invention was manufactured like the above-mentioned Examples 1-3 and the quality assessment was performed, the same result as the above was obtained.

[0188]

[Effect of the Invention]According to this invention, the following effects are acquired as stated above.

[0189]- Even if it is isotropy not to mention anisotropy, a bond magnet with high

magnetic properties can be provided. Since the magnetic performance more than equivalent can be especially demonstrated with the bond magnet of smaller volume compared with the conventional bond magnet, it becomes possible to obtain a smaller and highly efficient motor.

[0190]- A mechanical strength is high, the bond magnet excellent in corrosion resistance is obtained, and a reliable bond magnet can be provided.

[0191]- Excel in magnetization nature and good magnetization is possible also in a comparatively low magnetization magnetic field. Therefore, it is suitable when giving multi-electrode magnetization to a cylindrical magnet etc.

[0192]- Since quantity magnetic properties are acquired, when manufacturing a bond magnet, even if it does not pursue densification, can acquire the magnetic properties which can fully be satisfied, and with as a result, the improvement in a moldability. Improvement in dimensional accuracy, a mechanical strength, corrosion resistance, heat resistance, etc. can be aimed at, and it becomes possible to manufacture a reliable bond magnet easily.

[0193]- Since densification is not required, it is suitable also for manufacture of the bond magnet by the extrusion method and injection molding process which high-density shaping cannot carry out easily compared with compression forming, and an effect which was mentioned above is acquired again also with the bond magnet fabricated by such a forming process. Therefore, the width of selection of the forming process of a bond magnet and the degree of shape option according to it further spread.

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

#### DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1]It is a figure showing typically an example of a nano composite organization (macrostructure) in the thin strip magnet material and magnet powder of this invention.

[Drawing 2]It is a figure showing typically an example of a nano composite organization (macrostructure) in the thin strip magnet material and magnet powder of this invention.

[Drawing 3]It is a figure showing typically an example of a nano composite organization (macrostructure) in the thin strip magnet material and magnet powder of this invention.

[Drawing 4]It is a perspective view showing the example of composition of the device (quenching thin band manufacturing installation) which manufactures the thin strip magnet material of this invention.

[Drawing 5]It is a section side view showing the state near the collision part to the cooling roller of the molten metal in the device shown in drawing 4.

[Description of Notations]

1 Quenching thin band manufacturing installation

2 Barrel

3 Nozzle

4 Coil

5 Cooling roller

51 Base

52 Surface layer

53 Peripheral surface

6 Molten metal

7 Paddle

71 Solidification interface  
8 Quenching thin band  
81 Roll side  
82 Free side  
85 Dimple  
9A Arrow  
9B Arrow  
10 Soft magnetic phase  
11 Hard magnetic phase  
100 Viscous flow

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any  
damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect  
the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

#### DRAWINGS

[Drawing 1]

[Drawing 2]

[Drawing 3]

[Drawing 4]

[Drawing 5]

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2000-286114  
(P2000-286114A)

(43) 公開日 平成12年10月13日 (2000. 10. 13)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	タームコード <sup>8</sup> (参考)
H 0 1 F 1/053		H 0 1 F 1/04	Λ 4 K 0 1 8
B 2 2 F 3/00		C 2 2 C 38/00	3 0 3 D 5 E 0 4 0
C 2 2 C 38/00	3 0 3	B 2 2 F 3/00	C
H 0 1 F 1/06		H 0 1 F 1/06	Λ
1/08		1/08	Λ
審査請求 有 請求項の数20 O L (全 19 頁)			

(21) 出願番号 特願平11-236919

(22) 出願日 平成11年8月24日 (1999. 8. 24)

(31) 優先権主張番号 特願平11-18676

(32) 優先日 平成11年1月27日 (1999. 1. 27)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000002369

セイコーエプソン株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

(72) 発明者 新井 聖

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

(74) 代理人 100093388

弁理士 鈴木 喜三郎 (外2名)

Fターム(参考) 4K018 BA18 BB04 BB06 KA46 KA62

5E040 AA04 AA19 AC05 BB05 BD00

CA20 HB00 HB07 HB11 NN01

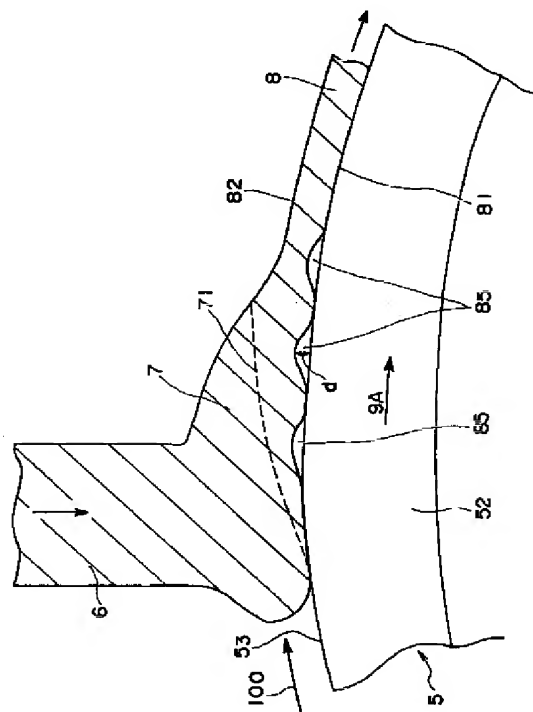
NN04 NN06 NN12 NN14

(54) 【発明の名称】 薄帯状磁石材料、磁石粉末および希土類ボンド磁石

## (57) 【要約】

【課題】 磁気特性が優れ、信頼性の高いボンド磁石を提供すること。

【解決手段】 本発明は、 $R_x (Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z-w}B_zAl_w$  (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%、 $w: 0.8$ 原子%以下 (ただし、0を除く)) で表される合金組成の溶湯6をノズルから射出し、ノズルに対して回転している冷却ロール5の周面53に衝突させ、冷却固化して得られた急冷薄帯8である。この急冷薄帯8は、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在する組織を構成し、かつ、冷却ロール5との接触面であるロール面81において、凝固時に形成されたディンプル85の占める面積率が25%以下である。また、ロール面81において、面積が $2000 \mu m^2$ 以上のディンプルの占める面積率が8%以下である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z}B_z$  (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%)で表される合金組成の溶湯をノズルから射出し、前記ノズルに対して回転している冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して得られた薄帯状の磁石材料であって、

その構成組織が、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在する組織となっており、かつ、前記冷却ロールとの接触面において、凝固時に形成されたディンプルの占める面積率が25%以下であることを特徴とする薄帯状磁石材料。

【請求項2】  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z}B_z$  (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%)で表される合金組成の溶湯をノズルから射出し、前記ノズルに対して回転している冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して得られた薄帯状の磁石材料であって、

その構成組織が、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在する組織となっており、かつ、前記冷却ロールとの接触面において、凝固時に形成された面積が $2000 \mu m^2$ 以上のディンプルの占める面積率が8%以下であることを特徴とする薄帯状磁石材料。

【請求項3】  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z}B_z$  (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%)で表される合金組成の溶湯をノズルから射出し、前記ノズルに対して回転している冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して得られた薄帯状の磁石材料であって、

その構成組織が、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在する組織となっており、かつ、前記冷却ロールとの接触面において、凝固時に形成されたディンプルの平均深さをdとし、薄帯状の磁石材料の平均厚さをtとしたとき、これらの比 $d/t$ が $0.02 \sim 0.5$ であることを特徴とする薄帯状磁石材料。

【請求項4】  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z-w}B_zAl_w$  (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%、 $w: 0.8$ 原子%以下(ただし、0を除く))で表される合金組成の溶湯をノズルから射出し、前記ノズルに対して回転している冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して得られた薄帯状の磁石材料であって、

その構成組織が、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在する組織となっており、かつ、前記冷却ロールとの接触面において、凝固時に形成されたディンプルの占める面積率が25%以下であることを

特徴とする薄帯状磁石材料。

【請求項5】  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z-w}B_zAl_w$  (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%、 $w: 0.8$ 原子%以下(ただし、0を除く))で表される合金組成の溶湯をノズルから射出し、前記ノズルに対して回転している冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して得られた薄帯状の磁石材料であって、

その構成組織が、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在する組織となっており、かつ、前記冷却ロールとの接触面において、凝固時に形成された面積が $2000 \mu m^2$ 以上のディンプルの占める面積率が8%以下であることを特徴とする薄帯状磁石材料。

【請求項6】  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z-w}B_zAl_w$  (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%、 $w: 0.8$ 原子%以下(ただし、0を除く))で表される合金組成の溶湯をノズルから射出し、前記ノズルに対して回転している冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して得られた薄帯状の磁石材料であって、

その構成組織が、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在する組織となっており、かつ、前記冷却ロールとの接触面において、凝固時に形成されたディンプルの平均深さをdとし、薄帯状の磁石材料の平均厚さをtとしたとき、これらの比 $d/t$ が $0.02 \sim 0.5$ であることを特徴とする薄帯状磁石材料。

【請求項7】 前記構成組織は、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在するナノコンポジット組織である請求項1ないし6のいずれかに記載の薄帯状磁石材料。

【請求項8】 前記Rは、Ndおよび/またはPrを主とする希土類元素である請求項1ないし7のいずれかに記載の薄帯状磁石材料。

【請求項9】 前記Rは、Prを含み、その割合が前記R全体に対し5~75%である請求項1ないし8のいずれかに記載の薄帯状磁石材料。

【請求項10】 前記Rは、Dyを含み、その割合が前記R全体に対し10%以下である請求項1ないし9のいずれかに記載の薄帯状磁石材料。

【請求項11】 前記冷却ロールは、その周面に熱伝導率がより低い表面層を有する請求項1ないし10のいずれかに記載の薄帯状磁石材料。

【請求項12】 請求項1ないし11のいずれかに記載の薄帯状磁石材料を粉砕して得られた磁石粉末。

【請求項13】 磁石粉末は、その製造過程で、または製造後少なくとも1回熱処理が施されたものである請求項12に記載の磁石粉末。

【請求項14】 平均粒径が $0.5 \sim 150 \mu m$ である

請求項12または13に記載の磁石粉末。

【請求項15】 請求項12ないし14のいずれかに記載の磁石粉末を結合樹脂で結合してなることを特徴とする希土類ボンド磁石。

【請求項16】 前記磁石粉末の含有量が75～99.5wt%である請求項15に記載の希土類ボンド磁石。

【請求項17】 保磁力*i*H<sub>c</sub>が0.4～0.75MA/mである請求項15または16に記載の希土類ボンド磁石。

【請求項18】 磁気エネルギー積(BH)<sub>max</sub>が60kJ/m<sup>3</sup>以上である請求項15ないし17のいずれかに記載の希土類ボンド磁石。

【請求項19】 多極着磁に供される、または多極着磁された請求項15ないし18のいずれかに記載の希土類ボンド磁石。

【請求項20】 モータに用いられる請求項15ないし19のいずれかに記載の希土類ボンド磁石。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、薄帯状磁石材料、磁石粉末および希土類ボンド磁石に関する。

【0002】

【従来の技術】磁石粉末を結合樹脂で結合してなるボンド磁石は、形状の自由度が広いという利点を有し、モータや各種アクチュエータに用いられている。

【0003】このようなボンド磁石を構成する磁石材料としては、高い磁気性能を有するものとして、希土類元素を含む希土類磁石が用いられている。この希土類磁石材料は、例えば急冷薄帯製造装置を用いた急冷法により製造される。

【0004】すなわち、所定の合金組成の磁石材料を加熱、溶融し、その溶湯をノズルから射出し、ノズルに対して回転している冷却ロールの周面に衝突させ、該周面と接触させることにより急冷、凝固し、薄帯状(リボン状)の磁石材料、すなわち急冷薄帯を連続的に形成する。そして、この急冷薄帯を粉砕して磁石粉末とし、この磁石粉末よりボンド磁石を製造する。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】上述した急冷法により製造される従来の磁石材料では、何らかの原因で、十分な磁気特性が得られないという問題がある。その原因としては、例えば、製造条件との関係で合金組成が不適切であること、冷却ロールの回転速度が不適切であること(特開昭59-52528号公報参照)等が考えられる。

【0006】また、磁石粉末を結合樹脂と混合してボンド磁石を成形した際に、結合樹脂との密着性が劣り、その結果、得られたボンド磁石の耐食性や機械的強度が低く、信頼性が劣るという問題もある。

【0007】従って、本発明の目的は、磁気特性が優

れ、良好な信頼性を有する磁石を提供することができる薄帯状磁石材料、磁石粉末および希土類ボンド磁石を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】このような目的は、下記(1)～(20)の本発明により達成される。

【0009】(1)  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z}B_z$  (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%)で表される合金組成の溶湯をノズルから射出し、前記ノズルに対して回転している冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して得られた薄帯状の磁石材料であって、その構成組織が、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在する組織となっており、かつ、前記冷却ロールとの接触面において、凝固時に形成されたディンプルの占める面積率が25%以下であることを特徴とする薄帯状磁石材料。

【0010】(2)  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z}B_z$  (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%)で表される合金組成の溶湯をノズルから射出し、前記ノズルに対して回転している冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して得られた薄帯状の磁石材料であって、その構成組織が、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在する組織となっており、かつ、前記冷却ロールとの接触面において、凝固時に形成された面積が2000μm<sup>2</sup>以上のディンプルの占める面積率が8%以下であることを特徴とする薄帯状磁石材料。

【0011】(3)  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z}B_z$  (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%)で表される合金組成の溶湯をノズルから射出し、前記ノズルに対して回転している冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して得られた薄帯状の磁石材料であって、その構成組織が、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在する組織となっており、かつ、前記冷却ロールとの接触面において、凝固時に形成されたディンプルの平均深さを*d*とし、薄帯状の磁石材料の平均厚さを*t*としたとき、これらの比*d/t*が0.02～0.5であることを特徴とする薄帯状磁石材料。

【0012】(4)  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z-w}B_zA_w$  (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%、 $w: 0.8$ 原子%以下(ただし、0を除く))で表される合金組成の溶湯をノズルから射出し、前記ノズルに対して回転している冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して得られた薄帯状の磁石材料であって、その構成組織が、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在する組織となっており、かつ、前記冷却ロールとの接触面において、凝固時に形成

されたディンプルの占める面積率が25%以下であることを特徴とする薄帯状磁石材料。

【0013】(5)  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z-w}B_zAl_w$  (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%、 $w: 0.8$ 原子%以下(ただし、0を除く))で表される合金組成の溶湯をノズルから射出し、前記ノズルに対して回転している冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して得られた薄帯状の磁石材料であって、その構成組織が、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在する組織となっており、かつ、前記冷却ロールとの接触面において、凝固時に形成された面積が $2000 \mu m^2$ 以上のディンプルの占める面積率が8%以下であることを特徴とする薄帯状磁石材料。

【0014】(6)  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z-w}B_zAl_w$  (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%、 $w: 0.8$ 原子%以下(ただし、0を除く))で表される合金組成の溶湯をノズルから射出し、前記ノズルに対して回転している冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して得られた薄帯状の磁石材料であって、その構成組織が、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在する組織となっており、かつ、前記冷却ロールとの接触面において、凝固時に形成されたディンプルの平均深さをdとし、薄帯状の磁石材料の平均厚さをtとしたとき、これらの比d/tが0.02~0.5であることを特徴とする薄帯状磁石材料。

【0015】(7) 前記構成組織は、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在するナノコンポジット組織である上記(1)ないし(6)のいずれかに記載の薄帯状磁石材料。

【0016】(8) 前記Rは、Ndおよび/またはPrを主とする希土類元素である上記(1)ないし(7)のいずれかに記載の薄帯状磁石材料。

【0017】(9) 前記Rは、Prを含み、その割合が前記R全体に対し5~75%である上記(1)ないし(8)のいずれかに記載の薄帯状磁石材料。

【0018】(10) 前記Rは、Dyを含み、その割合が前記R全体に対し10%以下である上記(1)ないし(9)のいずれかに記載の薄帯状磁石材料。

【0019】(11) 前記冷却ロールは、その周面に熱伝導率がより低い表面層を有する上記(1)ないし(10)のいずれかに記載の薄帯状磁石材料。

【0020】(12) 上記(1)ないし(11)のいずれかに記載の薄帯状磁石材料を粉碎して得られた磁石粉末。

【0021】(13) 磁石粉末は、その製造過程で、または製造後少なくとも1回熱処理が施されたものである上記(12)に記載の磁石粉末。

【0022】(14) 平均粒径が $0.5 \sim 150 \mu m$ である上記(12)または(13)に記載の磁石粉末。

【0023】(15) 上記(12)ないし(14)のいずれかに記載の磁石粉末を結合樹脂で結合してなることを特徴とする希土類ボンド磁石。

【0024】(16) 前記磁石粉末の含有量が75~99.5wt%である上記(15)に記載の希土類ボンド磁石。

【0025】(17) 保磁力iHcが $0.4 \sim 0.75 MA/m$ である上記(15)または(16)に記載の希土類ボンド磁石。

【0026】(18) 磁気エネルギー積(BH)maxが $60 kJ/m^3$ 以上である上記(15)ないし(17)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石。

【0027】(19) 多極着磁に供される、または多極着磁された上記(15)ないし(18)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石。

【0028】(20) モータに用いられる上記(15)ないし(19)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石。

【0029】

【発明の実施の形態】以下、本発明の薄帯状磁石材料、磁石粉末およびこれを用いた希土類ボンド磁石の実施の形態について、詳細に説明する。

【0030】〔合金組成〕本発明の薄帯状磁石材料および磁石粉末は、下記の第1の合金組成または第2の合金組成からなる。

【0031】・第1の合金組成

$R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z}B_z$  (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%)

・第2の合金組成

$R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z-w}B_zAl_w$  (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%、 $w: 0.8$ 原子%以下(ただし、0を除く))

R(希土類元素)としては、Y、La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、ミッシュメタルが挙げられ、これらを1種または2種以上含むことができる。

【0032】Rの含有量(含有率)は、8.1~9.4原子%とされる。Rが8.1原子%未満では、十分な保磁力が得られず、特に、第2の合金組成においては、Alを添加しても保磁力の向上が少ない。一方、Rが9.4原子%を超えると、磁化のポテンシャルが下がるため、十分な磁束密度が得られなくなる。

【0033】ここで、Rは、Ndおよび/またはPrを主とする希土類元素であるのが好ましい。その理由は、これらの希土類元素は、ナノコンポジット組織を構成するハード磁性相の飽和磁化を高め、また磁石として良好

な保磁力を実現するために有効だからである。

【0034】また、Rは、Prを含み、その割合がR全体に対し5〜75%であるのが好ましく、20〜60%であるのがより好ましい。この範囲であると、残留磁束密度の低下をほとんど生じることなく、保磁力およびB-Hループにおける角型性を向上させることができるためである。

【0035】また、Rは、Dyを含み、その割合がR全体に対し10%以下であるのが好ましい。この範囲であると、残留磁束密度の著しい低下を生じることなく、保磁力を向上させることができると共に、温度特性の向上も可能となるからである。

【0036】Coは、Feと同様の特性を有する遷移金属である。このCoを添加すること（Feの一部を置換すること）により、キュリー温度が高くなり、温度特性が向上するが、Feに対するCoの置換比率が0.30を超えると、保磁力、磁束密度は共に低下する傾向を示す。Feに対するCoの置換比率が0.05〜0.20の範囲では、温度特性の向上のみならず、磁束密度自体も向上するので、さらに好ましい。

【0037】B（ボロン）は、高い磁気特性を得るのに重要な元素であり、その含有量は、4.6〜6.8原子%とされる。Bが4.6%未満であると、B-Hループにおける角型性が悪くなる。一方、Bが6.8%を超えると、非磁性相が多くなり、磁束密度が減少する。

【0038】Alは、保磁力向上にとって有利な元素であり、0.8原子%以下の範囲での含有が許容される。特に、0.02〜0.8原子%の範囲で、保磁力向上の効果が顕著に現れる。また、この範囲では、保磁力向上に追随して、角型性および磁気エネルギー積も向上する。さらに、Alの含有は、耐熱性および耐食性の向上にも寄与する。ただし、上述したように、Rが8.1原子%未満では、Al添加によるこのような効果は小さい。また、Alが0.8原子%を超えると、磁化の低下が顕著となる。

【0039】このように、本発明では、Alを微量または極微量含有せしめることにその特徴を見出したものであり、0.8原子%を超える量を添加することは、むしろ逆効果であり、本発明の意図するところではない。

【0040】また、磁気特性を向上させるために、磁石材料を構成する合金中には、必要に応じ、Cu、Ga、Si、Ti、V、Ta、Zr、Nb、Mo、Hf、Ag、Zn、P、Ge等の他の元素を含有することもできる。

【0041】〔ナノコンポジット組織〕本発明の薄帯状磁石材料およびこれを粉砕して得られる磁石粉末は、ハード磁性相とソフト磁性相とが微小間隔で相隣接して存在する組織（特にナノコンポジット組織）を構成している。

【0042】ナノコンポジット組織は、ソフト磁性相1

0とハード磁性相11とが、例えば図1、図2または図3に示すようなパターン（モデル）で存在しており、各相の厚さや粒径がナノメートルレベル（例えば1〜100nm）で存在している。そして、ソフト磁性相10とハード磁性相11とが相隣接し、磁気的な交換相互作用を生じる。なお、図1〜図3に示すパターンは、一例であって、これらに限られるものではなく、例えば図2に示すパターンにおいて、ソフト磁性相10とハード磁性相11とが逆になっているものでもよい。

【0043】ソフト磁性相の磁化は、外部磁界の作用により容易にその向きを変えるので、ハード磁性相に混在すると、系全体の磁化曲線はB-H図の第二象現で段のある「へび型曲線」となる。しかし、ソフト磁性相のサイズが数10nm以下と十分小さい場合には、ソフト磁性相の磁化が周囲のハード磁性相の磁化との結合によって十分強く拘束され、系全体がハード磁性相として振舞うようになる。

【0044】このようなナノコンポジット組織を持つ磁石は、主に、以下に挙げる特徴1)〜6)を有している。

【0045】1) B-H図の第二象現で、磁化が可逆的にスプリングバックする（この意味で「スプリング磁石」とも言う）。

【0046】2) リコイル透磁率が高く、一旦逆磁場を加えてもその後の減磁率が小さい。

【0047】3) 着磁性が良く、比較的低い磁場で着磁できる。

【0048】4) 磁気特性の温度依存性がハード磁性相単独の場合（例えば、従来のMQI社製のMQP-B粉末）に比べて小さい。

【0049】5) 磁気特性の経時変化が小さい。

【0050】6) 微粉砕しても磁気特性が劣化しない。

【0051】前述した合金組成において、ハード磁性相およびソフト磁性相は、例えば次のようなものとなる。

【0052】ハード磁性相： $R_2TM_{14}B$ 系（ただし、TMはFeまたはFeとCo）、または $R_2TM_{14}BA$ 系

ソフト磁性相：TM（特に $\alpha-Fe$ 、 $\alpha-(Fe, Co)$ ）、またはTMとAlとの合金

〔薄帯状磁石材料の製造〕本発明の薄帯状磁石材料（急冷薄帯またはリボンと呼ばれる）は、熔融合金を急冷、固化することにより製造されたものである。以下、その方法の一例について説明する。

【0053】図4は、単ロールを用いた急冷法により薄帯状磁石材料を製造する装置（急冷薄帯製造装置）の構成例を示す斜視図、図5は、図4に示す装置における溶湯の冷却ロールへの衝突部位付近の状態を示す断面側面図である。

【0054】図4に示すように、急冷薄帯製造装置1は、磁石材料を収納し得る筒体2と、該筒体2に対し図



中矢印9A方向に回転する冷却ロール5とを備えている。筒体2の下端には、磁石材料(合金)の溶湯を射出するノズル(オリフィス)3が形成されている。

【0055】筒体2の構成材料としては、例えば石英や、アルミナ、マグネシア等の耐熱性セラミックスが挙げられる。

【0056】ノズル3の開口形状としては、例えば、円形、楕円形、スリット状等が挙げられる。

【0057】また、筒体2のノズル3近傍の外周には、加熱用のコイル4が配置され、このコイル4に例えば高周波を印加することにより、筒体2内を加熱(誘導加熱)し、筒体2内の磁石材料を溶融状態にする。

【0058】なお、加熱手段は、このようなコイル4に限らず、例えば、カーボンヒータを用いることもできる。

【0059】冷却ロール5は、基部51と、冷却ロール5の周面53を形成する表面層52とで構成されている。

【0060】基部51の構成材料は、表面層52と同じ材質で一体構成されていてもよく、また、表面層52とは異なる材質で構成されていてもよい。

【0061】基部51の構成材料は、特に限定されないが、表面層52の熱をより速く放散できるように、例えば銅または銅系合金のような熱伝導率の高い金属材料で構成されているのが好ましい。

【0062】また、表面層52は、熱伝導率が基部51と同等かまたは基部51より低い材料で構成されているのが好ましい。

【0063】表面層52の具体的な材料としては、例えば、銅または銅系合金、鉄系合金、クロム、モリブデンまたはこれらを含む合金、酸化物系(例えばアルミナ、酸化ケイ素、酸化チタン)、窒化物系(例えば窒化アルミ、窒化チタン、窒化ボロン)、炭化物系(例えば、グラファイト、SC、WC)等の各種セラミックス(非金属材料)等が挙げられる。また、冷却ロール5の周面53には、硬質クロムめっき等の各種金属めっきや前記の各種セラミックス(非金属材料)による被覆層を形成しておくこともできる。これにより、熱伝達性が改善され、急冷薄帯8のロール面81とフリー面82とでの冷却速度の差がより小さくなり、磁気特性のさらなる向上に寄与する。

【0064】周面53の表面粗さは、溶湯6に対する濡れ性と関連する。周面53の中心線平均粗さ $R_a$ (単位: $\mu m$ )は、得られる急冷薄帯8の平均厚さ $t$ の $1/3$ 以下とするのが好ましく、 $1/5$ 以下とするのがより好ましい。このような範囲において、前述した合金組成の溶湯6に対する最適な濡れ性が確保されるからである。

【0065】このような表面粗さを得るために、急冷薄帯8の製造に先立ち、周面53に対し研磨を施し、平滑

仕上げをしておくこともできる。

【0066】このような急冷薄帯製造装置1は、チャンバー(図示せず)内に設置され、該チャンバー内に、好ましくは不活性ガスやその他の雰囲気ガスが充填された状態で作動する。特に、急冷薄帯8の酸化を防止するために、雰囲気ガスは、例えばアルゴンガス、ヘリウムガス、窒素ガス等の不活性ガスであるのが好ましい。

【0067】筒体2内の溶湯6の液面には、チャンバーの内圧より高い所定の圧力がかけられている。溶湯6は、この筒体2内の溶湯6の液面に作用する圧力とチャンバー内の雰囲気ガスの圧力との差圧により、ノズル3から噴出する。

【0068】急冷薄帯製造装置1では、筒体2内に前述した合金組成の磁石材料を入れ、コイル4により加熱して溶融し、その溶湯6をノズル3から射出(吐出)すると、図5に示すように、溶湯6は、冷却ロール5の周面53に衝突し、パドル(湯溜り)7を形成した後、回転する冷却ロール5の周面53に引きずられつつ急速に冷却されて凝固し、急冷薄帯8が連続的または断続的に形成される。このようにして形成された急冷薄帯8は、やがて、そのロール面(周面53と接触する面)81が周面53から離れ、図4中の矢印9B方向に進行する。なお、図5中、溶湯の凝固界面71を点線で示す。

【0069】冷却ロール5の周速度は、合金溶湯の組成、周面53の溶湯6に対する濡れ性等によりその好適な範囲が異なるが、磁気特性向上のために、通常、 $1\sim 60m/秒$ であるのが好ましく、 $5\sim 40m/秒$ であるのがより好ましい。冷却ロール5の周速度が遅すぎると、急冷薄帯8の体積流量(単位時間当たり吐出される溶湯の体積)によっては、急冷薄帯8の厚さ $t$ が厚くなり、結晶粒径が増大する傾向を示し、逆に冷却ロール5の周速度が速すぎると、大部分が非晶質組織となり、いずれの場合にも、その後に熱処理を加えたとしても磁気特性の向上が望めなくなる。

【0070】なお、得られた急冷薄帯8に対しては、例えば、非晶質組織の再結晶化の促進、組織の均質化のために、熱処理を施すこともできる。この熱処理の条件としては、例えば、 $400\sim 900^{\circ}C$ で、 $0.5\sim 300$ 分程度とすることができる。

【0071】また、この熱処理は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下(例えば $1\times 10^{-1}\sim 1\times 10^{-6}$  Torr)、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うのが好ましい。

【0072】以上のようにして得られた急冷薄帯(薄帯状磁石材料)8は、微細結晶組織、もしくは微細結晶がアモルファス組織中に含まれるような組織となり、優れた磁気特性が得られる。

【0073】なお、以上では、急冷法として、単ロール法を例に説明したが、双ロール法を採用してもよい。こ

のような急冷法は、金属組織（結晶粒）を微細化することができるので、ボンド磁石の磁石特性、特に保磁力等を向上させるのに有効である。

【0074】〔急冷薄帯のロール面のディンプルについて〕上述したような急冷法で製造された急冷薄帯8において、急冷薄帯8のロール面81を走査型電子顕微鏡（SEM）などで観察すると、所々にディンプル状にへこんでいる部分（本明細書では、「ディンプル」と言う）が観察される。このディンプルには、大小さまざまなものがある。

【0075】このようなディンプル85が生じる原因は、溶湯6を冷却ロール5の周面53に噴射して急冷凝固させる際に、周面53とパドル7との間に雰囲気ガスが入り込み、トラップされることによるものと考えられる。このような雰囲気ガスの巻き込みは、主として冷却ロール5の回転に伴って発生する周面53近傍の雰囲気ガスの粘性流100により生じるものと考えられる（図5参照）。

【0076】さらに、急冷薄帯8を破断し、その破断面をSEMによって観察すると、通常の部分の結晶粒径は数10nmオーダーであるのに対し、ディンプル85に隣接した部分の主相結晶粒径は比較的大きく、場所によっては1μmオーダーの粗大な結晶粒の存在が確認される。特に、面積の大きいディンプルに隣接した部分ほど結晶粒の粗大化の傾向が見られる。このことは、次のようなことを示唆する。

【0077】前述したように、ディンプル85は、周面53とパドル7との間に雰囲気ガスが侵入することにより生じると考えられるが、このような雰囲気ガスの気泡により、ロール面81と周面53との熱伝達が妨げられ、部分的に急冷が阻害される。そのため、ディンプル85付近の組織は、結晶粒が粗大化する。ディンプル85が大きいほど、それは顕著となる。結晶粒の粗大化は、磁気特性を低下させるため、本発明では、結晶粒の粗大化の原因となるディンプル85をできるだけ少なくすることにより、高い磁気特性を維持することを見出した。以下、さらに詳述する。

【0078】急冷薄帯8のロール面81をSEMによって観察した写真から、このディンプル85の面積（ディンプル85の深さ方向を法線とする2次元平面にディンプル85を投影したときの面積。以下、ディンプルの面積と言うときは、同様とする。）の合計がロール面81全体の面積に対して占める面積率を画像処理によって測定した。以下に示す本発明の実施例においては、まず、数10倍程度の倍率でSEMによって撮影した10枚以上の観察写真について、像のコントラストの差を利用してディンプル85を認識し、その面積を画素数に換算して面積率を算出した。そして得られた各写真についての面積率を平均することによって、その急冷薄帯8の面積率の値とした。

【0079】このようにして得られるディンプル85の面積率と、急冷薄帯の磁気特性の相関を詳細に調査した。その結果、ディンプル85の面積率が25%を超える急冷薄帯においては、保磁力、角型性、残留磁束密度のいずれもが低くなる。そのため、前述したような高磁気特性を得られる合金組成および組織（ナノコンポジット組織）を持つものであっても、その特徴を十分に生かすことができない。そして、急冷薄帯がこのような特性を有すると、それより製造される磁石粉末、該磁石粉末より製造されるボンド磁石の磁気特性もそれが反映される。従って、本発明では、ロール面81において、ディンプル85（下記の巨大ディンプルも含む）の占める面積率を25%以下とする。

【0080】なお、ディンプル85の占める面積率は、低いほど良いが、この面積率が3%未満の場合には、急冷薄帯8の周面53との密着性が高くなり、周面53からの剥離性が低下し、急冷薄帯8の歩留まり（収率）が低下することがある。そのため、ディンプル85の占める面積率は、3~25%程度とするのがより好ましく、3~20%程度とするのがさらに好ましい。

【0081】また、ロール面81に存在するディンプル85の一つ一つの面積に着目すると、面積が2000μm<sup>2</sup>を超える大きなディンプル（以下「巨大ディンプル」と言う）の占める面積率が8%以下であるのが好ましく、5%以下であるのがより好ましい。

【0082】巨大ディンプルが多く存在すると、急冷薄帯8自体の磁気特性が低下するだけでなく、ボンド磁石とした場合の信頼性にも悪影響を及ぼす。すなわち、ボンド磁石としたときの機械的強度および耐食性が低下する。これは巨大ディンプルの近傍の部分から得られた磁石粉末は、結合樹脂との密着性（濡れ性）が劣り、よって、このような磁石粉末を含むボンド磁石は、ボンド磁石全体として磁石粉末同士の結合力が低下するためと考えられている。

【0083】また、ディンプル85の深さも、急冷薄帯8の磁気特性に大きく影響を及ぼすことを見出した。本発明では、ディンプル85（巨大ディンプルも含む）の平均深さをdとし、急冷薄帯8の平均厚さをtとしたとき、これらの比d/tが0.02~0.5であることが好ましく、0.05~0.4であることがより好ましい。

【0084】ディンプル85の深さは、例えばレーザー変位計、マイクロメータ、静電容量変位計などを使用して測定することができる。以下に示す本発明の実施例においては、レーザー変位計を用い、1ロットの急冷薄帯に対し、20以上の独立したディンプル85について、各ディンプルの縁部と最も深いところの距離の差を深さとし、その平均値をとって平均深さdとした。また、急冷薄帯の平均厚さtは、急冷薄帯の重量とアルキメデス法により測定した密度から体積を算出し、これを急冷薄

帯の幅 $w$ （マイクロ스코プなどで10点以上測定した値の平均値）および長さで除することにより算出した。

【0085】 $d/t$ が0.5を超えると、急冷薄帯の磁気特性が低下する傾向を示し、特に、ディンプル85の面積率や巨大ディンプルの面積率が前記の上限値を超える場合には、急冷薄帯の磁気特性の低下が顕著となる。また、かかる急冷薄帯から製造されたボンド磁石は、空孔率を低減させることが難しく、高密度化が困難になるため、それによる磁気特性の向上が望めない。さらに、深さの深いディンプル部分から得られた磁石粉末は、結合樹脂との密着性（濡れ性）が低下するため、ディンプル85の面積率や巨大ディンプルの面積率が比較的大きい場合には、ボンド磁石の機械的強度および耐食性が低下する。

【0086】また、 $d/t$ が0.02未満であると、前記ディンプル85の面積率が比較的小さい場合（特に3%未満）に、急冷薄帯8の周面53との密着性が高くなり、周面53からの剥離性が低下し、急冷薄帯8の歩留まり（収率）が低下することがある。

【0087】以上のようなディンプルに関する条件のロール面81を得るための製造条件について、以下に説明する。

【0088】前述したように、ディンプル85が形成される主な原因は、周面53とロール面81との間への雰囲気ガスの巻き込みが考えられる。この雰囲気ガスの巻き込みは、主として冷却ロール5の回転に伴って発生する周面53近傍の雰囲気ガスの粘性流100により生じるものと考えられる。

【0089】この粘性流100を抑制する1つの要因としては、チャンバー内の雰囲気ガスの圧力をなるべく低くすることが挙げられる。しかし、雰囲気ガスの圧力を下げすぎると、装置上の種々の制約が生じ、装置のコストの上昇を招く。

【0090】ディンプル85の形成を抑制する他の要因としては、冷却ロールの回転速度、ノズル3の開口面積（オリフィスの面積）、溶湯の温度（粘性）、溶湯の噴出流量、雰囲気ガスの組成、雰囲気ガスの温度等を適宜調整することが挙げられる。また、冷却ロールの形状や周辺装置の形状、配置等により雰囲気ガスの粘性流100の発生を抑制する方法もある。

【0091】例えば、特願平10-135801号、特願平10-82262号、特願平10-242353号、特願平10-217761号の明細書に記載された方法は、ディンプル85の形成を抑制するのに有効である。

【0092】〔磁石粉末の製造〕以上のようにして製造された急冷薄帯8を粉砕することにより、本発明の磁石粉末が得られる。

【0093】粉砕の方法は、特に限定されず、例えばボールミル、振動ミル、ジェットミル、ピンミル等の各種

粉砕装置、破碎装置を用いて行うことができる。この場合、粉砕は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$  Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うこともできる。

【0094】磁石粉末の平均粒径は、特に限定されないが、後述する希土類ボンド磁石を製造するためのものの場合、磁石粉末の酸化防止と、粉砕による磁気特性劣化の防止とを考慮して、0.5～150 $\mu$ m程度が好ましく、0.5～80 $\mu$ m程度がより好ましく、1～50 $\mu$ m程度がさらに好ましい。

【0095】また、希土類ボンド磁石の成形時のより良好な成形性を得るために、磁石粉末の粒径分布は、ある程度分散されている（バラツキがある）のが好ましい。これにより、得られた希土類ボンド磁石の空孔率を低減することができ、その結果、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量を同じとしたときに、希土類ボンド磁石の密度や機械的強度をより高めることができ、磁気特性をさらに向上することができる。

【0096】なお、得られた磁石粉末に対しては、例えば、粉砕により導入されたひずみの影響の除去、結晶粒径の制御を目的として、熱処理を施すこともできる。この熱処理の条件としては、例えば、350～850℃で、0.5～300分程度とすることができる。

【0097】また、この熱処理は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$  Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うのが好ましい。

【0098】以上のような磁石粉末を用いて希土類ボンド磁石を製造した場合、そのような磁石粉末は、結合樹脂との結合性（結合樹脂の濡れ性）が良く、そのため、このボンド磁石は、機械的強度が高く、熱安定性（耐熱性）、耐食性が優れたものとなる。従って、当該磁石粉末は、ボンド磁石の製造に適しており、製造されたボンド磁石は、信頼性の高いものとなる。

【0099】〔ボンド磁石およびその製造〕次に、本発明の希土類ボンド磁石（以下単に「ボンド磁石」とも言う）について説明する。

【0100】本発明のボンド磁石は、前述の磁石粉末を結合樹脂で結合してなるものである。

【0101】結合樹脂（バインダー）としては、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂のいずれでもよい。

【0102】熱可塑性樹脂としては、例えば、ポリアミド（例：ナイロン6、ナイロン46、ナイロン66、ナイロン610、ナイロン612、ナイロン11、ナイロン12、ナイロン6-12、ナイロン6-66）、熱可塑性ポリイミド、芳香族ポリエステル等の液晶ポリマー、ポリフェニレンオキシド、ポリフェニレンサルファイド、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン-酢酸

ビニル共重合体等のポリオレフィン、変性ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリエーテル、ポリエーテルエーテルケトン、ポリエーテルイミド、ポリアセタール等、またはこれらを主とする共重合体、ブレンド体、ポリマーアロイ等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0103】これらのうちでも、成形性が特に優れており、機械的強度が高いことから、ポリアミド、耐熱性向上の点から、液晶ポリマー、ポリフェニレンサルファイドを主とするものが好ましい。また、これらの熱可塑性樹脂は、磁石粉末との混練性にも優れている。

【0104】このような熱可塑性樹脂は、その種類、共重合化等により、例えば成形性を重視したものや、耐熱性、機械的強度を重視したものというように、広範囲の選択が可能となるという利点がある。

【0105】一方、熱硬化性樹脂としては、例えば、ビスフェノール型、ノボラック型、ナフタレン系等の各種エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、ポリエステル（不飽和ポリエステル）樹脂、ポリイミド樹脂、シリコン樹脂、ポリウレタン樹脂等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0106】これらのうちでも、成形性が特に優れており、機械的強度が高く、耐熱性に優れるという点から、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリイミド樹脂、シリコン樹脂が好ましく、エポキシ樹脂が特に好ましい。また、これらの熱硬化性樹脂は、磁石粉末との混練性、混練の均一性にも優れている。

【0107】なお、使用される熱硬化性樹脂（未硬化）は、室温で液状のもので、固形（粉末状）のものでよい。

【0108】また、本発明のボンド磁石は、等方性でも異方性でもよいが、製造のし易さから、等方性であるのが好ましい。

【0109】このような本発明のボンド磁石は、例えば次のようにして製造される。磁石粉末と、結合樹脂と、必要に応じ添加剤（酸化防止剤、潤滑剤等）を含むボンド磁石用組成物（コンパウンド）を製造し、このボンド磁石用組成物を用いて、圧縮成形（プレス成形）、押出成形、射出成形等の成形方法により、磁場中または無磁場中で所望の磁石形状に成形する。結合樹脂が熱硬化性樹脂の場合には、成形後、加熱等によりそれを硬化する。

【0110】ここで、前記3種の成形方法のうち、押出成形および射出成形（特に、射出成形）は、形状選択の自由度が広く、生産性が高い等の利点があるが、これらの成形方法では、良好な成形性を得るために、成形機内におけるコンパウンドの十分な流動性を確保しなければ

ならないため、圧縮成形に比べて、磁石粉末の含有量を多くすること、すなわちボンド磁石を高密度化することができない。しかしながら、本発明では、後述するように、高い磁束密度が得られ、そのため、ボンド磁石を高密度化しなくても優れた磁気特性が得られるので、押出成形、射出成形により製造されるボンド磁石にもその利点を享受することができる。

【0111】ボンド磁石中の磁石粉末の含有量（含有率）は、特に限定されず、通常は、成形方法や、成形性と高磁気特性との両立を考慮して決定される。具体的には、75～99.5wt%程度であるのが好ましく、85～98wt%程度であるのがより好ましい。

【0112】特に、ボンド磁石が圧縮成形により製造されたもの場合には、磁石粉末の含有量は、90～99.5wt%程度であるのが好ましく、93～98.5wt%程度であるのがより好ましい。

【0113】また、ボンド磁石が押出成形または射出成形により製造されたもの場合には、磁石粉末の含有量は、75～98wt%程度であるのが好ましく、85～97wt%程度であるのがより好ましい。

【0114】ボンド磁石の密度 $\rho$ は、それに含まれる磁石粉末の比重、磁石粉末の含有量、空孔率等の要因により決定される。本発明のボンド磁石において、その密度 $\rho$ は特に限定されないが、 $5.0\text{ g/cm}^3$ 以上であるのが好ましく、 $5.5\sim 6.6\text{ g/cm}^3$ 程度であるのがより好ましい。

【0115】本発明では、磁石粉末の磁束密度、保磁力が比較的大きいので、ボンド磁石に成形した場合に、磁石粉末の含有量が多い場合はもちろんのこと、含有量が比較的小さい場合でも、優れた磁気特性（特に、高磁気エネルギー積、高保磁力）が得られる。

【0116】本発明のボンド磁石は、保磁力 $iH_c$ が $0.40\sim 0.75\text{ MA/m}$ 程度であるのが好ましく、 $0.43\sim 0.70\text{ MA/m}$ 程度であるのがより好ましい。保磁力が前記下限値未満では、モータの用途によっては逆磁場がかかったときの減磁が顕著になり、また、高温における耐熱性が劣る。また、保磁力が前記上限値を超えると、着磁性が低下する。従って、保磁力 $iH_c$ を上記範囲とすることにより、ボンド磁石（特に、円筒状磁石）に多極着磁等をするような場合に、十分な着磁磁場が得られないときでも、良好な着磁が可能となり、十分な磁束密度が得られ、高性能なボンド磁石、特にモータ用ボンド磁石を提供することができる。

【0117】本発明のボンド磁石は、磁気エネルギー積 $(BH)_{max}$ が $60\text{ kJ/m}^3$ 以上であるのが好ましく、 $85\text{ kJ/m}^3$ 以上であるのがより好ましく、 $95\sim 125\text{ kJ/m}^3$ であるのがさらに好ましい。磁気エネルギー積 $(BH)_{max}$ が $60\text{ kJ/m}^3$ 未満であると、モータ用に用いた場合、その種類、構造によっては、十分なトルクが得られない。

【0118】本発明のボンド磁石の形状、寸法等は特に限定されず、例えば、形状に関しては、例えば、円柱状、角柱状、円筒状（リング状）、円弧状、平板状、湾曲板状等のあらゆる形状のものが可能であり、その大きさも、大型のものから超小型のものまであらゆる大きさのものが可能である。

【0119】

【実施例】（実施例1）以下に述べるような方法で合金組成が $\text{Nd}_{8.7}\text{Fe}_{61}\text{Co}_{8.4}\text{B}_{5.8}$ （以下、「組成A」とする）の急冷薄帯を得た。

【0120】まず、Nd、Fe、Co、Bの各原料を秤量し、高周波誘導溶解炉にてArガス中で溶解、鑄造し、母合金インゴットを製造した後、このインゴットから約15gのサンプルを切り出した。

【0121】図4および図5に示す構成の急冷薄帯製造装置を用意し、底部にノズル（円孔オリフィス：直径10mm）を設けた石英管内に前記サンプルを入れた。急冷薄帯製造装置1が収納されているチャンバー内を脱気した後、不活性ガス（Arガス）を導入し、所望の温度および圧力の雰囲気とした。

【0122】その後、石英管内のインゴットサンプルをコイル4で高周波誘導加熱して溶解し、さらに、冷却ロ

ールの周速度、溶湯の噴射圧（石英管の内圧と雰囲気圧との差圧）、雰囲気ガスの圧力等の条件を適宜調整しつつ、溶湯を冷却ロールの周面（銅-ベリリウム合金製、硬質クロムめっき処理、表面粗さ $R_a=0.5\mu\text{m}$ ）に向けて噴射し、急冷薄帯を得た。

【0123】このとき、冷却ロールの周速度を15～35m/秒の範囲、溶湯の噴射圧を5～60kPaの範囲、雰囲気ガスの圧力を100～500Torrの範囲で変化させ、急冷薄帯の5種のサンプルA1～A5（本発明）を得た。

【0124】また、冷却ロールの周速度および雰囲気ガスの圧力を大きく設定し、ディンプルが過剰に形成された急冷薄帯のサンプルA6（比較例）を得た。

【0125】急冷薄帯の各サンプルA1～A6のロール面のSEM写真を撮影し、この写真を画像解析して、ディンプルおよび巨大ディンプル（面積が $2000\mu\text{m}^2$ 以上のディンプル）の占める面積率をそれぞれ測定した。また、ディンプル（巨大ディンプルを含む）の平均深さdと急冷薄帯の平均厚さtとを測定し、それらの比 $d/t$ を求めた。これらの結果を下記表1に示す。

【0126】

【表1】

表 1 急冷薄帯の特性

サンプルNo	ディンプルの面積率 (%)	巨大ディンプルの面積率 (%)	平均深さd ( $\mu\text{m}$ )	平均厚さt ( $\mu\text{m}$ )	d/t	備考
A1	2.5	0.5	3.1	31	0.10	本発明
A2	6.2	1.1	5.2	29	0.18	本発明
A3	12.6	2.0	6.5	25	0.26	本発明
A4	19.1	3.3	9.8	28	0.35	本発明
A5	23.0	4.9	11.1	27	0.41	本発明
A6	28.5	10.4	9.9	19	0.52	比較例

【0127】次に、急冷薄帯の各サンプルA1～A6を粗粉碎した後、Arガス雰囲気中で $720^\circ\text{C}\times 5$ 分間の熱処理を施して、組成Aの磁石粉末を得た。

【0128】得られた磁石粉末について、その相構成を分析するため、Cu-K $\alpha$ を用い回折角 $20^\circ\sim 60^\circ$ にてX線回折を行った。回折パターンからハード磁性相である $\text{Nd}_2(\text{Fe}\cdot\text{Co})_{14}\text{B}_1$ 相と、ソフト磁性相である $\alpha-(\text{Fe},\text{Co})$ 相の回折ピークが確認でき、透過型電子顕微鏡（TEM）による観察結果から、サンプ

ルA1～A5については、いずれも、ナノコンボジット組織を形成していることが確認された。

【0129】また、得られた各磁石粉末について、振動試料型磁力計（VSM）により磁気特性（保磁力 $iH_c$ および最大磁気エネルギー積（BH） $\text{max}$ ）を測定した。その結果を下記表2示す。なお、測定にあたり、反磁界補正は行わなかった。

【0130】

【表2】

表 2 磁石粉末の磁気特性

サンプルNo	i H c (MA/m)	(BH) max (kJ/m <sup>3</sup> )	備 考
A 1	0. 5 2	1 3 3. 3	本発明
A 2	0. 5 3	1 3 5. 5	本発明
A 3	0. 5 1	1 3 1. 4	本発明
A 4	0. 4 9	1 2 9. 3	本発明
A 5	0. 4 7	1 2 5. 8	本発明
A 6	0. 2 4	7 1. 8	比較例

【0131】次に、粒度調整のために、各磁石粉末をさらに粉碎機（ライカイ機）を用いてアルゴンガス中で粉碎し、平均粒径 $20\mu\text{m}$ の磁石粉末とした。

【0132】この磁石粉末と、エポキシ樹脂（結合樹脂）と、少量のヒドラジン系酸化防止剤とを混合、混練してボンド磁石用組成物（コンパウンド）を作製した。このとき、磁石粉末とエポキシ樹脂との配合比率（重量比）は、各サンプルについてほぼ等しい値とした。

【0133】次いで、このコンパウンドを粉碎して粒状とし、この粒状物を秤量してプレス装置の金型内に充填し、圧力 $6\text{ton}/\text{cm}^2$ で圧縮成形（無磁場中）して、成形体を得た。

【0134】離型後、加熱によりエポキシ樹脂を硬化させて（キュア処理）、直径 $10\text{mm}\phi\times$ 高さ $8\text{mm}$ の円柱状の等方性ボンド磁石（サンプルA1～A6）を得た。

【0135】また、比較例として、市販のMQI社製のMQP-B粉末による磁石粉末（ハード磁性相単独のNd-Fe-B系磁石粉末：平均粒径 $30\mu\text{m}$ ）を用意し、この磁石粉末を用い、前記と同じ条件、方法でボンド磁石を製造した。この比較例のボンド磁石をサンプルA7とする。

【0136】各ボンド磁石（サンプルA1～A7）中の

磁石粉末の含有量は、いずれも $98.0\text{wt}\%$ であった。また、各ボンド磁石の密度は、 $6.1\sim 6.3\text{g}/\text{cm}^3$ であった。

【0137】これら各ボンド磁石について、予めパルス着磁（最大印加磁場 $40\text{kOe}$ ）した後、直流自記磁束計にて最大印加磁場 $25\text{kOe}$ で磁気特性（保磁力i H cおよび最大磁気エネルギー積（BH）max）を測定した。測定時の温度は、 $23^\circ\text{C}$ （室温）であった。その結果を下記表3に示す。

【0138】さらに、各ボンド磁石（サンプルA1～A7）について、機械的強度および耐食性を調べた。その結果を下記表3に示す。

【0139】なお、ボンド磁石の機械的強度は、打ち抜き剪断試験機（島津製作所社製オートグラフ）を用いた剪断打ち抜き法により測定した。

【0140】また、ボンド磁石の耐食性は、各ボンド磁石に対し、 $60^\circ\text{C}\times 95\%\text{RH}\times 500$ 時間の恒温恒湿試験を行い、ボンド磁石表面の錆の発生の有無を目視で判別し、錆の発生が全く無いものを◎印、錆の発生がわずかにあるものを○印、錆の発生が目立つものを△印、錆の発生が顕著なものを×印とした。

【0141】

【表3】

表 3 ボンド磁石の特性

サンプルNo	i Hc (MA/m)	(BH) max (kJ/m <sup>3</sup> )	機械的強度 (kgf/mm <sup>2</sup> )	耐 食 性	備 考
A 1	0. 4 9	1 0 5. 3	7. 1 5	◎	本発明
A 2	0. 5 0	1 0 6. 2	7. 0 3	◎	本発明
A 3	0. 4 9	1 0 4. 8	6. 8 5	◎	本発明
A 4	0. 4 7	1 0 1. 5	6. 5 0	◎	本発明
A 5	0. 4 5	9 8. 9	5. 9 0	○	本発明
A 6	0. 2 3	5 8. 5	4. 2 3	×	比較例
A 7	0. 8 0	8 1. 2	6. 7 5	○	比較例

【0142】上記表1～表3から明らかなように、サンプルA1～A5の本発明では、いずれも、比較例に比べ、優れた磁気特性を有し（保磁力*i Hc*と最大磁気エネルギー積とのバランスが良い）、しかもボンド磁石の機械的強度が高く、耐食性に優れている。

【0143】これに対し、サンプルA6の比較例では、ボンド磁石中の空孔率が高く、密度が低いため、磁気特性が劣り、機械的強度が低く、耐食性が低い。

【0144】また、従来の磁石粉末を用いたサンプルA7は、本発明に比べて、最大磁気エネルギー積（BH）maxが低い。

【0145】（実施例2）以下に述べるような方法で合金組成がNd<sub>8.9</sub>Fe<sub>61</sub>Co<sub>8</sub>B<sub>5.5</sub>Al<sub>0.2</sub>（以下、「組成B」とする）の急冷薄帯を得た。

【0146】まず、Nd、Fe、Co、B、Alの各原料を秤量し、高周波誘導溶解炉にてArガス中で溶解、 casting、母合金インゴットを製造した後、このインゴットから約15gのサンプルを切り出した。

【0147】図4および図5に示す構成の急冷薄帯製造装置を用意し、底部にノズル（円孔オリフィス：直径10mm）を設けた石英管内に前記サンプルを入れた。急冷薄帯製造装置1が収納されているチャンバー内を脱気した後、不活性ガス（Arガス）を導入し、所望の温度および圧力の雰囲気とした。

【0148】その後、石英管内のインゴットサンプルをコイル4で高周波誘導加熱して溶解し、さらに、冷却ロ

ールの周速度、溶湯の噴射圧（石英管の内圧と雰囲気圧との差圧）、雰囲気ガスの圧力等の条件を適宜調整しつつ、溶湯を冷却ロールの周面（銅－クロム合金製、硬質クロムめっき処理、表面粗さRa＝0.7μm）に向けて噴射し、急冷薄帯を得た。

【0149】このとき、冷却ロールの周速度を15～30m/秒の範囲、溶湯の噴射圧を5～60kPaの範囲、雰囲気ガスの圧力を100～500Torrの範囲で変化させ、急冷薄帯の5種のサンプルB1～B5（本発明）を得た。

【0150】また、冷却ロールの周速度および雰囲気ガスの圧力を大きく設定し、ディンプルが過剰に形成された急冷薄帯のサンプルB6（比較例）を得た。

【0151】その後、急冷薄帯の各サンプルB1～B6に対し、Arガス雰囲気中で、700℃×8分間の熱処理を行った。

【0152】急冷薄帯の各サンプルB1～B6のロール面のSEM写真を撮影し、この写真を画像解析して、ディンプルおよび巨大ディンプル（面積が2000μm<sup>2</sup>以上のディンプル）の占める面積率をそれぞれ測定した。また、ディンプル（巨大ディンプルを含む）の平均深さ*d*と急冷薄帯の平均厚さ*t*とを測定し、それらの比*d/t*を求めた。これらの結果を下記表4に示す。

【0153】

【表4】



表 4 急冷薄帯の特性

サンプルNo	ディンプル の面積率 (%)	巨大ディンプル の面積率 (%)	平均深さd ( $\mu\text{m}$ )	平均厚さt ( $\mu\text{m}$ )	d/t	備 考
B 1	2. 3	0. 4	3 2	2. 6	0. 0 8	本発明
B 2	5. 8	1. 0	2 8	4. 5	0. 1 6	本発明
B 3	1 2. 1	1. 9	2 6	6. 0	0. 2 3	本発明
B 4	1 9. 8	3. 5	2 5	9. 3	0. 3 7	本発明
B 5	2 4. 1	5. 6	2 3	9. 9	0. 4 3	本発明
B 6	3 0. 2	1 1. 0	1 8	1 0. 1	0. 5 6	比較例

【0154】次に、急冷薄帯の各サンプルB1～B6を粗粉碎した後、Arガス雰囲気中で720℃×5分間の熱処理を施して、組成Bの磁石粉末を得た。

【0155】得られた磁石粉末について、その相構成を分析するため、Cu-K $\alpha$ を用い回折角20°～60°にてX線回折を行った。回折パターンからハード磁性相であるNd<sub>2</sub>(Fe・Co)<sub>14</sub>B<sub>1</sub>相と、ソフト磁性相である $\alpha$ -(Fe, Co)相の回折ピークが確認でき、透過型電子顕微鏡(TEM)による観察結果から、サンプ

ルB1～B5については、いずれも、ナノコンポジット組織を形成していることが確認された。

【0156】また、得られた各磁石粉末について、振動試料型磁力計(VSM)により磁気特性(保磁力iHcおよび最大磁気エネルギー積(BH)max)を測定した。その結果を下記表5示す。なお、測定にあたり、反磁界補正は行わなかった。

【0157】

【表5】

表 5 磁石粉末の磁気特性

サンプルNo	iHc (MA/m)	(BH)max (kJ/m <sup>3</sup> )	備考
B 1	0. 5 7	1 4 4. 0	本発明
B 2	0. 5 9	1 4 5. 3	本発明
B 3	0. 5 7	1 4 3. 8	本発明
B 4	0. 5 5	1 4 1. 2	本発明
B 5	0. 5 3	1 3 8. 5	本発明
B 6	0. 3 0	8 0. 1	比較例

【0158】次に、粒度調整のために、各磁石粉末をさらに粉碎機(ライカイ機)を用いてアルゴンガス中で粉碎し、平均粒径25 $\mu\text{m}$ の磁石粉末とした。

【0159】この磁石粉末と、エポキシ樹脂(結合樹脂)と、少量のヒドラジン系酸化防止剤とを混合、混練してボンド磁石用組成物(コンパウンド)を作製した。このとき、磁石粉末とエポキシ樹脂との配合比率(重量比)は、各サンプルについてほぼ等しい値とした。

【0160】次いで、このコンパウンドを粉碎して粒状

とし、この粒状物を秤量してプレス装置の金型内に充填し、圧力6ton/cm<sup>2</sup>で圧縮成形(無磁場中)して、成形体を得た。

【0161】離型後、加熱によりエポキシ樹脂を硬化させて(キュア処理)、直径10mm $\phi$ ×高さ8mmの円柱状の等方性ボンド磁石(サンプルB1～B6)を得た。各ボンド磁石中の磁石粉末の含有量は、いずれも97.8wt%であった。

【0162】また、各ボンド磁石の密度は、6.1～



6.2 g/cm<sup>3</sup>であった。

【0163】これら各ボンド磁石（サンプルB1～B6）について、前記実施例1と同様の方法、条件で、磁気特性（保磁力*i*H<sub>c</sub>および磁気エネルギー積（BH）

max）を測定し、機械的強度および耐食性を調べた。これらの結果を下記表6に示す。

【0164】

【表6】

表 6 ボンド磁石の特性

サンプルNo	<i>i</i> H <sub>c</sub> (MA/m)	(BH) max (kJ/m <sup>3</sup> )	機械的強度 (kgf/mm <sup>2</sup> )	耐 食 性	備 考
B 1	0.56	115.1	7.15	◎	本発明
B 2	0.59	116.0	7.10	◎	本発明
B 3	0.57	114.7	6.83	◎	本発明
B 4	0.55	113.2	6.52	◎	本発明
B 5	0.53	110.5	5.85	○	本発明
B 6	0.27	59.8	4.15	×	比較例

【0165】上記表4～表6から明らかなように、サンプルB1～B5の本発明では、いずれも、比較例に比べ、優れた磁気特性を有し（保磁力*i*H<sub>c</sub>と最大磁気エネルギー積とのバランスが良い）、しかもボンド磁石の機械的強度が高く、耐食性に優れている。また、サンプルB1～B5は、A1を含まないサンプルA1～A5に比べて、保磁力*i*H<sub>c</sub>が向上している。

【0166】これに対し、サンプルB6の比較例では、ボンド磁石中の空孔率が高く、密度が低いため、磁気特性が劣り、機械的強度が低く、耐食性が低い。

【0167】（実施例3）実施例2と同様の方法で、下記表7に示す合金組成の急冷薄帯を製造し、急冷薄帯の11種のサンプルC1～C11を得た。その後、急冷薄帯の各サンプルC1～C11に対し、Arガス雰囲気中で、700℃×8時間の熱処理を行った。

【0168】なお、各急冷薄帯の製造に際しては、冷却ロールの周速度を20m/秒、溶湯の噴射圧を40kPa、雰囲気ガスの圧力を250Torrとした。

【0169】

【表7】

表 7

サンプルNo	合金組成	備考
C1	$\text{Nd}_{8.9}\text{Fe}_{ba1}\text{Co}_8\text{B}_{5.5}\text{Al}_{0.5}$	本発明
C2	$\text{Nd}_{8.9}\text{Fe}_{ba1}\text{Co}_8\text{B}_{5.5}\text{Al}_{0.8}$	本発明
C3	$\text{Nd}_{8.9}\text{Fe}_{ba1}\text{Co}_8\text{B}_{5.5}\text{Al}_{1.2}$	比較例
C4	$\text{Nd}_{7.7}\text{Fe}_{ba1}\text{Co}_8\text{B}_{5.5}\text{Al}_{0.5}$	比較例
C5	$\text{Nd}_{9.3}\text{Fe}_{ba1}\text{Co}_8\text{B}_{5.5}\text{Al}_{0.5}$	比較例
C6	$\text{Nd}_{8.9}\text{Fe}_{ba1}\text{Co}_8\text{B}_{7.0}\text{Al}_{0.5}$	比較例
C7	$\text{Nd}_{4.5}\text{Pr}_{4.4}\text{Fe}_{ba1}\text{Co}_8\text{B}_{5.5}\text{Al}_{0.5}$	本発明
C8	$\text{Nd}_{4.5}\text{Pr}_{4.4}\text{Fe}_{ba1}\text{Co}_8\text{B}_{5.5}$	本発明
C9	$\text{Nd}_{5.3}\text{Pr}_{3.1}\text{Dy}_{0.5}\text{Fe}_{ba1}\text{Co}_8\text{B}_{5.5}\text{Al}_{0.5}$	本発明
C10	$\text{Nd}_{5.3}\text{Pr}_{3.1}\text{Dy}_{0.5}\text{Fe}_{ba1}\text{Co}_8\text{B}_{5.5}$	本発明
C11	$\text{Nd}_{8.6}\text{Dy}_{0.4}\text{Fe}_{ba1}\text{B}_{6.2}\text{Al}_{0.1}$	本発明

下線部は、本発明の組成域から外れた部分

【0170】急冷薄帯の各サンプルC1～C11のロール面のSEM写真を撮影し、この写真を画像解析して、ディンプルおよび巨大ディンプル（面積が $2000\mu\text{m}^2$ 以上のディンプル）の占める面積率をそれぞれ測定した。また、ディンプル（巨大ディンプルを含む）の平均

深さdと急冷薄帯の平均厚さtとを測定し、それらの比 $d/t$ を求めた。これらの結果を下記表8に示す。

【0171】

【表8】

表 8 急冷薄帯の特性

サンプルNo	ディンプルの面積率 (%)	巨大ディンプルの面積率 (%)	平均深さ d ( $\mu\text{m}$ )	平均厚さ t ( $\mu\text{m}$ )	d/t	備 考
C 1	9.9	1.8	4.8	30	0.16	本発明
C 2	10.0	1.9	4.8	32	0.15	本発明
C 3	9.7	1.6	4.5	30	0.15	比較例
C 4	9.5	1.4	4.3	31	0.14	比較例
C 5	9.4	1.4	4.0	33	0.12	比較例
C 6	9.8	1.8	4.7	31	0.15	比較例
C 7	10.6	2.1	5.4	30	0.18	本発明
C 8	10.1	1.9	5.2	31	0.17	本発明
C 9	10.3	2.0	5.3	29	0.18	本発明
C10	10.5	2.2	5.6	30	0.19	本発明
C11	10.7	2.5	5.7	32	0.18	本発明

【0172】次に、急冷薄帯の各サンプルC1～C11を粗粉碎した後、Arガス雰囲気中で720℃×5分間の熱処理を施して、それぞれ、上記表7に示す合金組成の磁石粉末を得た。

【0173】得られた磁石粉末について、その相構成を分析するため、Cu-K $\alpha$ を用い回折角20°～60°にてX線回折を行った。回折パターンからハード磁性相であるNd<sub>2</sub>(Fe・Co)<sub>14</sub>B<sub>1</sub>相と、ソフト磁性相である $\alpha$ -(Fe, Co)相の回折ピークが確認でき、透過型電子顕微鏡(TEM)による観察結果から、サンプ

ルC1～C11については、いずれも、ナノコンポジット組織を形成していることが確認された。

【0174】また、得られた各磁石粉末について、振動試料型磁力計(VSM)により磁気特性(保磁力*iHc*および最大磁気エネルギー積(BH)<sub>max</sub>)を測定した。その結果を下記表9に示す。なお、測定にあたり、反磁界補正は行わなかった。

【0175】

【表9】

表 9 磁石粉末の磁気特性

サンプルNo	<i>iHc</i> (MA/m)	(BH) <sub>max</sub> (kJ/m <sup>3</sup> )	備 考
C 1	0.52	138.9	本発明
C 2	0.54	133.5	本発明
C 3	0.34	83.0	比較例
C 4	0.26	73.6	比較例
C 5	0.78	83.2	比較例
C 6	0.47	78.9	比較例
C 7	0.60	145.2	本発明
C 8	0.58	140.1	本発明
C 9	0.71	118.9	本発明
C10	0.68	119.5	本発明
C11	0.65	124.3	本発明

【0176】次に、粒度調整のために、各磁石粉末をさらに粉碎機(ライカイ機)を用いてアルゴンガス中で粉碎し、平均粒径25 $\mu\text{m}$ の磁石粉末とした。

【0177】この磁石粉末と、エポキシ樹脂(結合樹脂)と、少量のヒドラジン系酸化防止剤とを混合、混練してボンド磁石用組成物(コンパウンド)を作製した。

このとき、磁石粉末とエポキシ樹脂との配合比率（重量比）は、各サンプルについてほぼ等しい値とした。

【0178】次いで、このコンパウンドを粉碎して粒状とし、この粒状物を秤量してプレス装置の金型内に充填し、圧力6ton/cm<sup>2</sup>で圧縮成形（無磁場中）して、成形体を得た。

【0179】離型後、加熱によりエポキシ樹脂を硬化させて（キュア処理）、直径10mmφ×高さ8mmの円柱状の等方性ボンド磁石（サンプルC1～C11）を得た。各ボンド磁石中の磁石粉末の含有量は、いずれも9

7.7wt%であった。

【0180】得られた6種のボンド磁石の密度は、6.0～6.2g/cm<sup>3</sup>であった。

【0181】これら各ボンド磁石（サンプルC1～C11）について、前記実施例1と同様の方法、条件で、磁気特性（保磁力*iH<sub>c</sub>*および最大磁気エネルギー積（*BH*）*max*）を測定し、機械的強度および耐食性を調べた。これらの結果を下記表10に示す。

【0182】

【表10】

表 10 ボンド磁石の特性

サンプルNo	<i>iH<sub>c</sub></i> (MA/m)	( <i>BH</i> ) <i>max</i> (kJ/m <sup>3</sup> )	機械的強度 (kgf/mm <sup>2</sup> )	耐 食 性	備 考
C1	0.50	110.9	7.30	◎	本発明
C2	0.52	108.7	7.28	◎	本発明
C3	0.34	64.2	7.18	◎	比較例
C4	0.26	53.6	7.40	×	比較例
C5	0.79	64.4	7.19	○	比較例
C6	0.47	59.8	7.24	◎	比較例
C7	0.60	117.5	7.05	◎	本発明
C8	0.57	111.2	7.08	◎	本発明
C9	0.70	95.9	7.01	◎	本発明
C10	0.68	96.5	7.04	◎	本発明
C11	0.64	100.3	6.85	◎	本発明

【0183】上記表8～表10から明らかなように、C1、C2、C7～C11の本発明では、いずれも、比較例に比べ、優れた磁気特性を有し、しかもボンド磁石の機械的強度が高く、耐食性に優れている。

【0184】特に、サンプルC7～C11の本発明では、磁石粉末がPrおよび／またはDyを適量含有するので、保磁力*iH<sub>c</sub>*の更なる向上が見られる。

【0185】これに対し、サンプルC3～C6の比較例では、いずれも、本発明に比べて磁気特性が劣っている。

【0186】（実施例4）ボンド磁石を押出成形により製造した以外は、上記実施例1～3と同様にして本発明のボンド磁石を製造し、性能評価を行ったところ、前記と同様の結果が得られた。

【0187】（実施例5）ボンド磁石を射出成形により製造した以外は、上記実施例1～3と同様にして本発明のボンド磁石を製造し、性能評価を行ったところ、前記と同様の結果が得られた。

【0188】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、次のような効果が得られる。

【0189】・異方性はもちろんのこと、等方性であっても、高い磁気特性を持つボンド磁石を提供することができる。特に、従来のボンド磁石に比べ、より小さい体積のボンド磁石で同等以上の磁気性能を発揮することができるので、より小型で高性能のモータを得ることが可能となる。

【0190】・機械的強度が高く、耐食性に優れたボンド磁石が得られ、信頼性の高いボンド磁石を提供することができる。

【0191】・着磁性に優れ、比較的低い着磁磁場でも良好な着磁が可能である。そのため、円筒状磁石等に多極着磁を施す場合に適している。

【0192】・高磁気特性が得られることから、ボンド磁石の製造に際し、高密度化を追求しなくても十分に満足できる磁気特性を得ることができ、その結果、成形性の向上と共に、寸法精度、機械的強度、耐食性、耐熱性等の向上が図れ、信頼性の高いボンド磁石を容易に製造することが可能となる。

【0193】・また、高密度化を要求されないことから、圧縮成形法に比べて高密度の成形がしにくい押出成形法や射出成形法によるボンド磁石の製造にも適し、こ

のような成形方法で成形されたボンド磁石でも、前述したような効果が得られる。よって、ボンド磁石の成形方法の選択の幅、さらには、それによる形状選択の自由度が広がる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の薄帯状磁石材料および磁石粉末におけるナノコンポジット組織（マクロ組織）の一例を模式的に示す図である。

【図2】本発明の薄帯状磁石材料および磁石粉末におけるナノコンポジット組織（マクロ組織）の一例を模式的に示す図である。

【図3】本発明の薄帯状磁石材料および磁石粉末におけるナノコンポジット組織（マクロ組織）の一例を模式的に示す図である。

【図4】本発明の薄帯状磁石材料を製造する装置（急冷薄帯製造装置）の構成例を示す斜視図である。

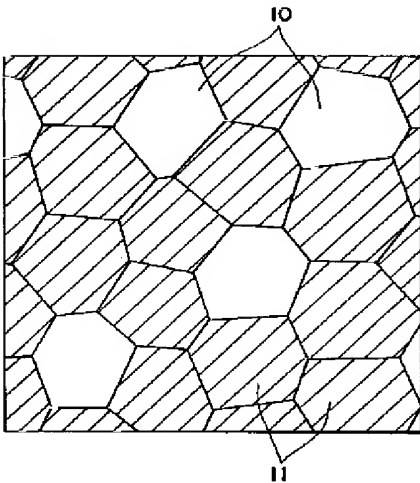
【図5】図4に示す装置における溶湯の冷却ロールへの衝突部位付近の状態を示す断面側面図である。

【符号の説明】

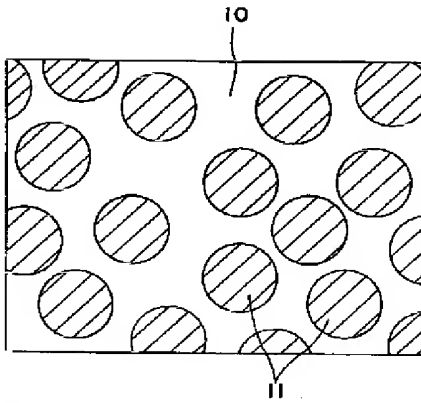
1 急冷薄帯製造装置

2	筒体
3	ノズル
4	コイル
5	冷却ロール
51	基部
52	表面層
53	周面
6	溶湯
7	バドル
71	凝固界面
8	急冷薄帯
81	ロール面
82	フリー面
85	ディンプル
9A	矢印
9B	矢印
10	ソフト磁性相
11	ハード磁性相
100	粘性流

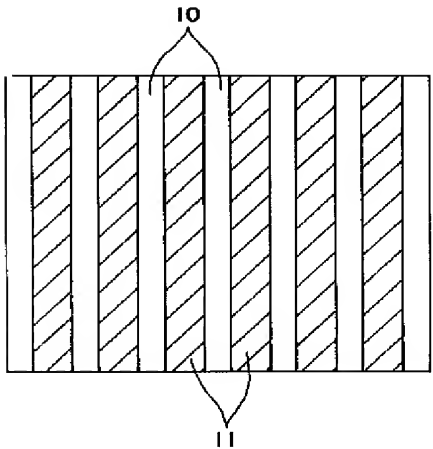
【図1】



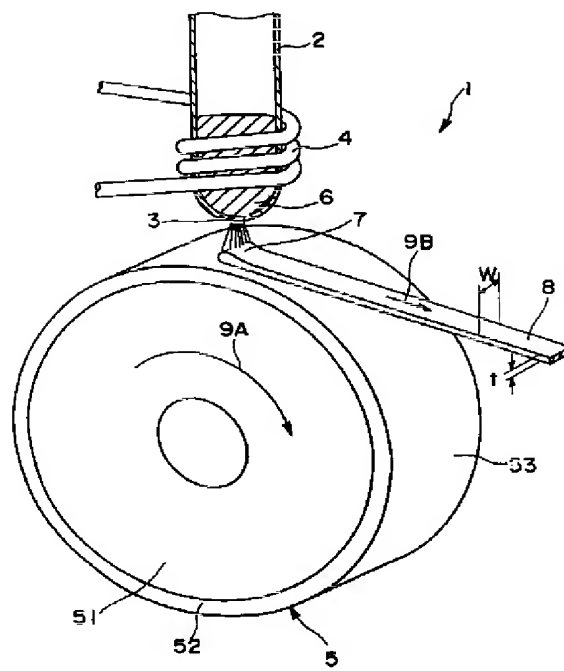
【図2】



【図3】



【図4】



【図5】

